

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní

Studijní program B2341 - Strojírenství

Materiály a technologie
zaměření tváření kovů a plastů

Katedra strojírenské technologie
Oddělení tváření kovů a plastů

Význam tokových křivek při zpracování polymerních materiálů vstřikováním

**The importance of flow curves during polymeric materials processing by
means of injection.**

Lukáš Zlý

KSP - TP - B50

Vedoucí BP: Ing. Luboš Běhálek - *FS, TU v Liberci*
Konzultant: doc. Dr. Ing. Petr Lenfeld - *FS, TU v Liberci*

Rozsah práce a příloh:

Počet stran: 53
Počet tabulek: 5
Počet obrázků: 40

Datum: 23.5.2008

ANOTACE

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní

Katedra strojírenské technologie

Oddělení tváření kovů a plastů

Studijní program: B2341 Strojírenství
Posluchač: Lukáš Zlý
Téma práce: Význam tokových křivek při zpracování polymerních materiálů vstřikováním

The importance of flow curves during polymeric materials processing by means of injection.

Číslo BP: KSP - TP - B50
Vedoucí BP: Ing. Luboš Běhálek - FS, TU v Liberci
Konzultant BP: doc. Dr. Ing. Petr Lenfeld - FS, TU v Liberci

Abstrakt:

Bakalářská práce se na základě experimentálních měření zabývá praktickým zhodnocením významu tokových při posuzování tokových vlastností tavenin plastů v průmyslové praxi.

Abstract:

This bachelor thesis on the basis of experimental measurements deals with practical evaluation of the flow curves importance when analyzing flow properties of plastic melts in industrial use.

Místopřísežné prohlášení:

Místopřísežně prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury.

V Liberci, 23. května 2008

.....

Lukáš Zlý
Horní Bludovice č. 361
739 37 Karviná

Poděkování:

Touto cestou bych chtěl především poděkovat vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Luboši Běhálkovi za cenné informace, rady, ochotu a čas, který mi věnoval při psaní této práce.

OBSAH

1	ÚVOD.....	9
2	TEORETICKÁ ČÁST	10
2.1	ZÁKLADNÍ PROBLEMATIKA ZNALOSTI TOKOVÉHO CHOVÁNÍ....	10
2.2	POPIS TOKOVÉHO CHOVÁNÍ	14
2.2.1	Tokové chování nízkomolekulárních kapalin	14
2.2.2	Tokové chování tavenin plastů	17
2.3	HODNOCENÍ TOKOVÝCH VLASTNOSTÍ TERMOPLASTŮ.....	18
2.3.1	Základní principy měření tokových vlastností	18
2.3.2	Index toku taveniny termoplastu	20
2.3.3	Tokové křivky	26
2.3.4	Spirálová zkouška zabíhavosti polymerů	31
2.3.5	Tokové chování taveniny plastu v technologii vstřikování.....	32
3	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	34
3.1	Volba zkoušených materiálů	34
3.2	Stanovení indexu toku taveniny termoplastu	35
3.3	Stanovení tokových křivek	39
4	VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ A JEJICH DISKUSE.....	46
5	ZÁVĚR.....	50
6	LITERATURA	51

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

τ	smykové napětí [Pa]
τ_0	jednotkové smykové napětí [Pa]
η	viskozita [Pa.s]
η_{kor}	korigovaná viskozita [Pa.s]
η_N	newtonská viskozita [Pa.s]
η_{zd}	zdánlivá viskozita [Pa.s]
m	index toku taveniny [-]
m_{nom}	nominální zatížení [kg]
t	interval odřezávání [s]
t_{ref}	referenční čas [s]
Δp	tlakový spád [Pa]
σ_N	normálové napětí [Pa]
ρ	hustota taveniny [kg/m ³]
$\dot{\gamma}$	smyková rychlost [s ⁻¹]
D	smyková rychlost [s ⁻¹]
Φ	koeficient tekutosti [s ⁻¹]
s	tloušťka stěny výstřiku [mm]
ω	úhlová rychlost [rad.s ⁻¹]
F	zatížení pístu [N]
A	obsah plochy [m ²]
Q	objemová průtoková rychlost [m ³ s ⁻¹]
M_k	krouticí moment [N.m]
T	teplota válce [°C]
S	plocha pístu [m ²]
R	vnitřní poloměr trysky [m]
V	objem vytlačované kapaliny [m ³]
l_F	toková délka taveniny [m]
MFR	hmotnostní index toku taveniny [g/10min]
MVR	objemový index toku taveniny [cm ³ /10min]
FRR	poměr indexu toku taveniny [-]
MFI	index toku taveniny

PApolyamid

PPpolypropylen

POM.....polyacetál (polyoxymethylén)

1 ÚVOD

Plastické hmoty, se v dnešní době, stále více používají na výrobu technických dílů. To má za následek zvýšené požadavky na fyzikálně mechanické vlastnosti, těchto dílů. Při tom se od výrobců žádají záruky za dodržování určitých minimálních hodnot užitných vlastností, protože na nich závisí spolehlivá funkce použitého výrobků.

Hlavní místo mezi plastickými hmotami zaujímají termoplasty. Zpracování termoplastů je založeno na jejich převedení do plastického stavu působením za zvýšené teploty a na tváření takto zplastikované hmoty působením vnější síly. Podmínky při tváření jsou jedny z nejdůležitějších pro konečné mechanické a fyzikální vlastnosti výrobků. Je to důležité především u vstřikování, kde tokové, čili reologické vlastnosti tavenin termoplastů ovlivňují nejen množství výrobků zhotovených za časovou jednotku, ale především jejich vlastnosti. Reologické chování je označováno jako viskoelastické. To znamená, že tavenina se chová viskózně (jako kapalina), ale zároveň taky elasticky (jako pružná látka). Pro posuzování reologických vlastností taveniny polymeru se nejčastěji používá hodnot indexu toku taveniny (MFI), nebo tokových křivek, které jsou pro technickou praxi metodou přesnější, ovšem oproti MFI metodou zdoluhavější.

Znalosti tokových vlastností jsou velmi důležité jak pro výrobce surovin, tak pro výrobce strojů a zpracovatele. Dodavatele surovin využívají výsledky měření k zjištění stejnoměrné kvality a kontroly provozních parametrů, při výrobě. Výrobci strojů potřebují tyto údaje pro návrh šneků, vstřikovacích trysek, ozubených čerpadel, forem a zároveň taky pro výpočet pohonů, uzavíracích sil, atd. Zpracovatelé využívají naměřených dat pro řízení zpracovatelského procesu.

Cílem této práce je zhotovení tokových křivek a posouzení reologického chování termoplastů vybraných na základě jejich odlišných tokových vlastností, v závislost na jejich chemickém složení a teplotě vstřikování. Experimentální měření tokových vlastností taveniny termoplastů jsou prováděna na výtlačném kapilárním viskozimetru v souladu s ČSN EN ISO 1133.

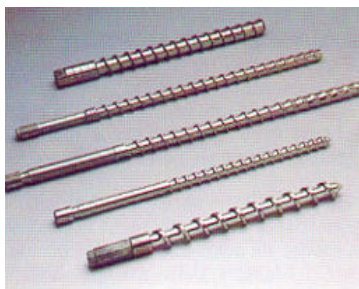
2 TEORETICKÁ ČÁST

V teoretické části bakalářské práce je řešená problematika tokového chování tavenin plastů, včetně jeho popisu, metod hodnocení a vlivů na proces zpracování technologií vstřikování.

2.1 ZÁKLADNÍ PROBLEMATIKA ZNALOSTI TOKOVÉHO CHOVÁNÍ

Určení tokových vlastností a znalost reologického chování jsou velmi důležité jak pro výrobce surovin a jejich zpracovatele, tak také pro výrobce strojů a nástrojů. Bez znalosti tokových vlastností se neobejdou /1/:

- **zpracovatelé surovin a jejich dodavatelé, jimž slouží:**
 - k zjištění stejnoměrné kvality vstupního materiálu (granulátu)
 - k řízení zpracovatelského procesu
 - ke kontrole technologických parametrů (např. v případě zkřehnutí materiálu výrobku v důsledku jeho tepelné degradace při zpracovatelském procesu ve fázi tavení a plastikace vstupního materiálu)
- **výrobci strojů, pro něž je jejich znalost nezbytná:**
 - pro návrh šneků (viz obr. 2.1), vstřikovacích trysek (viz obr. 2.2), ozubených čerpadel, ale také pro výpočet pohonů, uzavíracích sil, apod.



Obr. 2.1 Sada šneků /2/



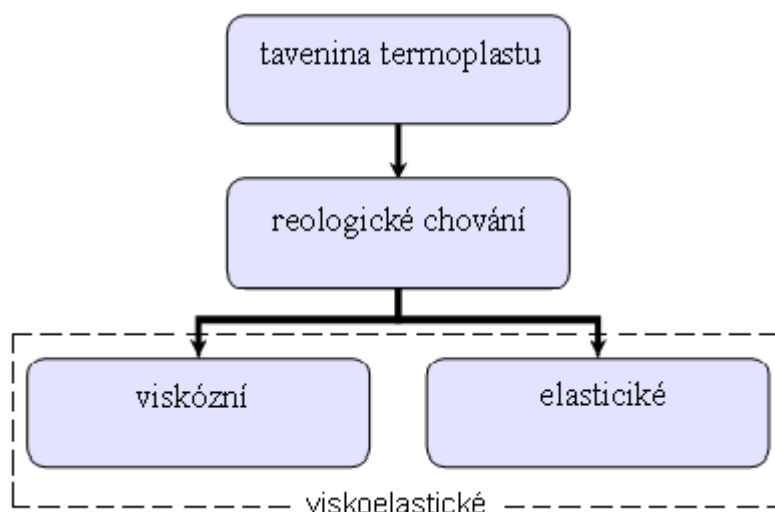
Obr. 2.2 Vstřikovací trysky /3/

- **konstruktéři vstřikovacích forem, kteří jej využívají:**
 - pro návrh vtokového systému vstřikovacích forem (viz obr. 2.3) (především velikosti ústí vtoku a dimenzování vtokových kanálů)
 - pro návrh tvarového řešení výstřiku.



Obr. 2.3 Vstřikovací forma /4/

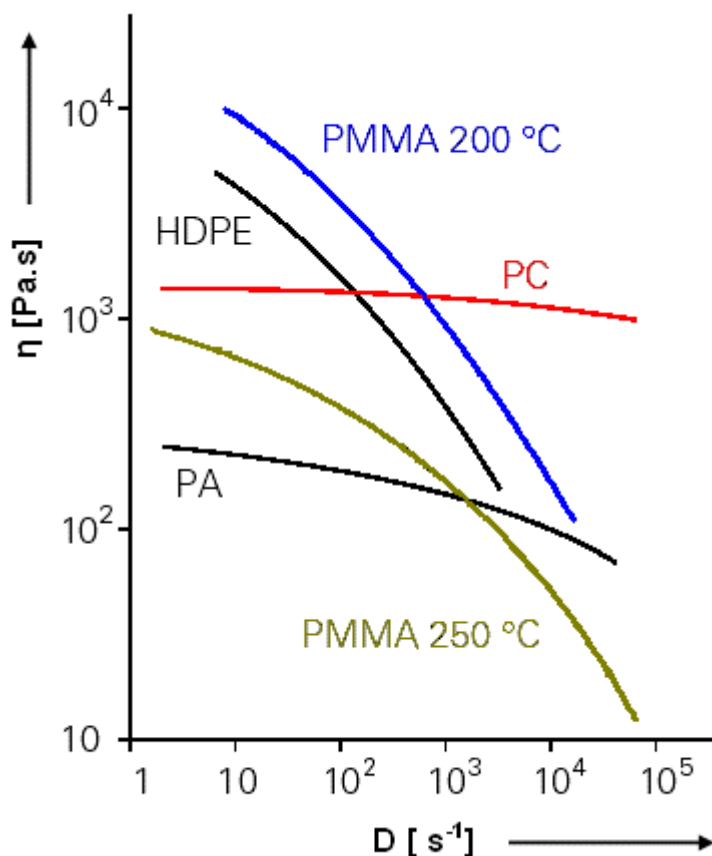
Reologií rozumíme nejen tokové chování látek, ale při fenomenologickém popisu reologického chování je snaha nalézt vztah mezi napětím materiálového elementu a jeho deformací, resp. rychlostí deformace. Pro popis reologických vlastností ideální látky se používají dva mezní stavy a to ideálně viskózní stav a ideálně pružný (elastický) stav (viz obr. 2.4).



Obr. 2.4 Chování taveniny termoplastů z hlediska reologie

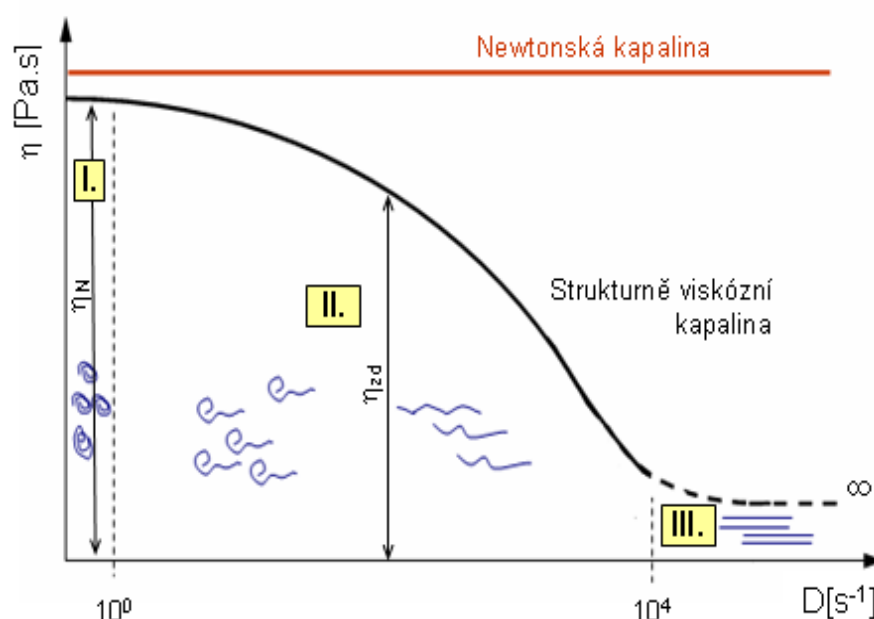
Viskózní (*tokové*) vlastnosti kapalin mohou být charakterizovány viskozitou „ η “, která je základní veličinou charakterizující odpor materiálu proti tečení a je tedy konzistencí, resp. mírou energie disipované kapalinou při toku, která je závislá pouze na teplotě kapaliny. Aby však bylo možno udržet tok taveniny plastu, je zapotřebí hnací síly, jejíž velikost bude záviset na velikosti makromolekul, zvláště na molekulové hmotnosti a velikosti mezimolekulárních

sil /1/. U roztoků polymerů a polymerních tavenin však viskozita klesá s rostoucí smykovou rychlostí (na rozdíl od nízkomolekulárních kapalin) a v takovémto případě hovoříme o strukturně viskózních kapalinách (viz obr. 2.5).



Obr. 2.5 Závislost viskozity na smykové rychlosti /1/

Průběh poklesu viskozity v závislosti na smykové rychlosti (viz obr. 2.6) lze vysvětlit z hlediska molekulární struktury plastu při smykovém namáhání následující úvahou: Taveniny polymerů mají amorfnní strukturu a makromolekuly zaujímají tvar příslušející maximální entropii systému – volně smotaná kulička. Při nízkých smykových rychlostech, v oblasti označované za oblast maximální newtonské viskozity (asi do 10^{-1} až $10^0 s^{-1}$), lze považovat viskozitu za konstantní, rovnu maximální newtonské viskozitě, neboť makromolekuly jsou přemísťovány jako celek.

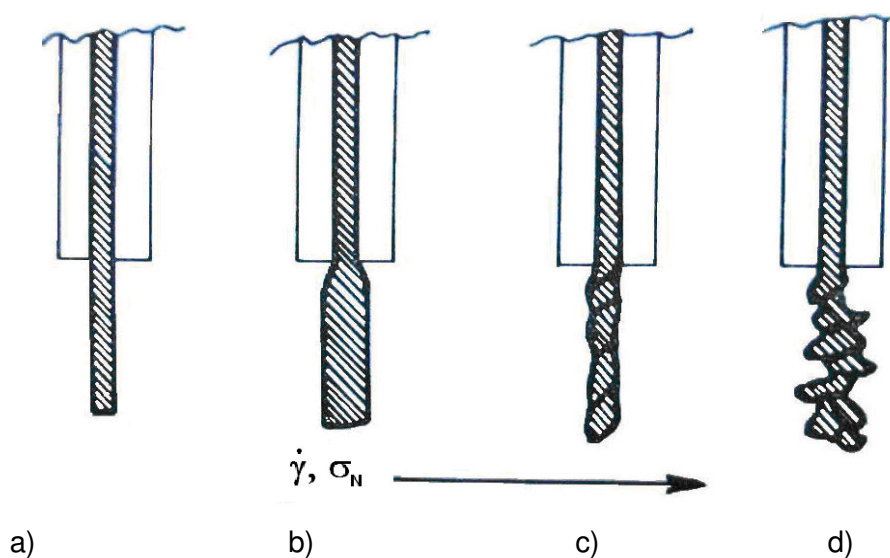


Obr. 2.6 Závislost dynamické viskozity tavenin polymerů na smykové rychlosti /1/
 I – oblast maximální newtonské viskozity, II – oblast strukturní viskozity,
 III – oblast nekonečného smyku

Při vyšších smykových rychlostech (v oblasti strukturní viskozity) dochází k poklesu viskozity, jejíž hodnota závisí na okamžitých hodnotách smykového napětí a smykové rychlosti a je tak označována za viskozitu zdánlivou. Pokles viskozity lze vysvětlit rozbalováním klubíček makromolekul v důsledku působení smykových sil do směru toku. Takto více či méně rozvinuté makromolekuly se pohybují snadněji a to se projevuje poklesem viskozity /1/. Při extrémně vysokých smykových rychlostech (oblast nekonvenčního smyku) se viskozita opět stává nezávislou na smykové rychlosti a je označována jako viskozita při nekonečném smyku. Jedná se o případ, kdy by došlo k dokonalému rozbalení makromolekul. Tohoto stádia však v praxi nelze u tavenin polymerů dosáhnout /1/.

Elastické (*pružné*) vlastnosti látek se vyznačují tím, že po odstranění vnějšího silového působení zaujme tato svůj původní tvar. Symbolicky se znázorňuje pružinou. Deformace kapaliny vzniká okamžitě při působení tzv. normálového napětí (σ_N), a je přímo úměrné jeho velikosti, nezávislá na čase. V případě tavenin polymerů je z molekulárního hlediska normálové napětí způsobeno nerovnovážnou orientací makromolekul polymeru ve směru toku.

Orientované makromolekuly absorbují část vložené mechanické energie ve formě elastické energie, která se navenek projeví jako normálové napětí. Toto napětí roste se smykovou rychlostí, koncentrací polymeru v roztoku a molekulovou hmotností polymeru. Překročí-li množství akumulované elastické energie a tedy normálové napětí v tekoucím polymerním materiálu určitou mez (např. při velmi vysokých smykových rychlostech), může dojít k nestabilitě výtoku z kapiláry, nebo-li k lomu taveniny (viz obr. 2.7 c, d). Příčinou tohoto jevu je pulzační nepravidelné uvolňování normálového napětí /5/.



Obr. 2.7 Vliv smykové rychlosti na výtoku polymerní taveniny z kapiláry /5/
b) – narůstání objemu, c); d) – lom taveniny

Tavenina termoplastu se však chová viskózně (jako kapalina), ale zároveň také elasticky (jako pružná látka). Reologické chování taveniny plastu je tak označováno jako viskoelastické (viz obr. 2.4).

2.2 POPIS TOKOVÉHO CHOVÁNÍ

2.2.1 Tokové chování nízkomolekulárních kapalin

Tok ideálních kapalin za izotermických podmínek, tedy závislost smykového napětí na smykové rychlosti, lze vyjádřit Newtonovým zákonem, tj. rovnicí (2.1)

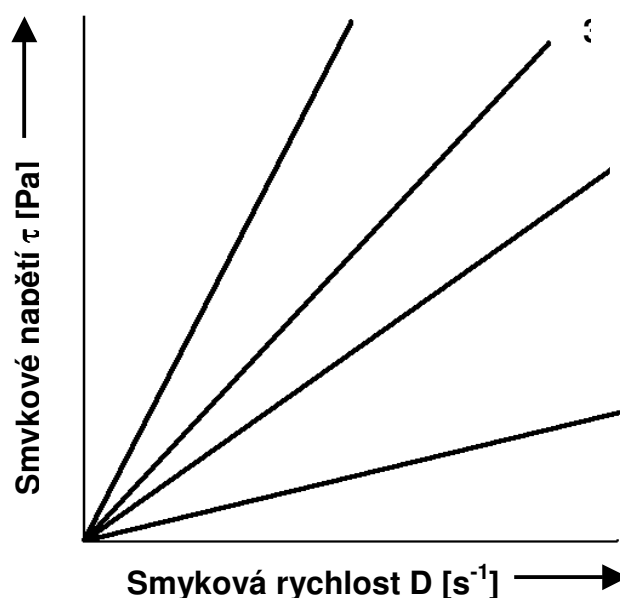
$$\tau = \eta \cdot \frac{dv}{dy} \quad (2.1a)$$

$$\text{nebo} \quad \tau = \eta \cdot \frac{d\gamma}{dt} \quad (2.1b)$$

$$\text{nebo} \quad \tau = \eta \cdot \dot{\gamma} = \eta \cdot D \quad (2.1c)$$

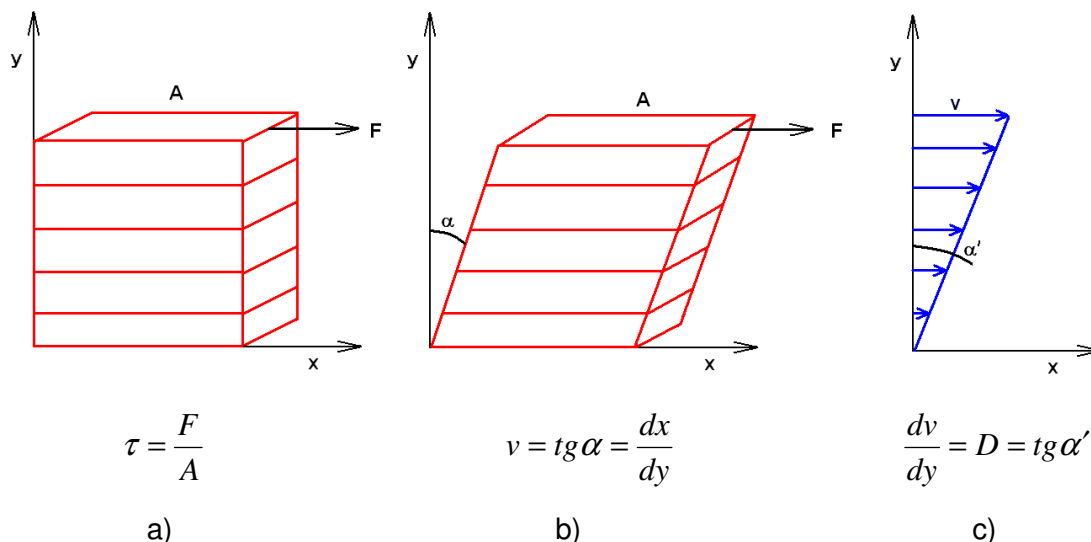
kde τ - smykové napětí [Pa],
 η - dynamická viskozita [Pa.s]
 $\frac{dv}{dy}$ - gradient smykové rychlosti [s⁻¹]
 $\frac{d\gamma}{dt} = \dot{\gamma} = D$ - smyková rychlost [s⁻¹]

Kapaliny, které se řídí tímto zákonem, se nazývají newtonské. Jejich tokové vlastnosti jsou definovány jedinou konstantou, tj. viskozitou η , která je směrnicí přímky v grafické závislosti na obr. 2.8 vyjadřující závislost smykového napětí τ na smykové rychlosti D pro různé materiály (ideální kapaliny) / 6/.



Obr. 2.8 Závislost smykového napětí τ na smykové rychlosti D pro ideální kapalinu /6/

Model toku na obr. 2.9 představuje laminární tok paralelních vrstev ideální kapaliny ve směru osy x a slouží k odvození definice smykové rychlosti a viskozity.



Obr. 2.9 Model newtonského toku (a, b) a jeho rychlostní profil (c) /6/

Spodní vrstva kapaliny ve styku s podložkou je stacionární a na horní vrstvu působí tečná síla F , která způsobuje její pohyb konstantní rychlostí ve směru působení síly (ve směru osy x). Na kapalinu tedy působí smykové napětí τ (viz obr. 2.9 a, b). Kapalina mezi spodní a horní vrstvou se nepohybuje rychlostí v , ale rychlostí, která se mění podle vzdálenosti od spodní vrstvy ve směru osy y . Proti síle F působí viskózní síly mezi paralelními vrstvami („tření“), které se pohybují různými rychlostmi /5/.

Velikost změny rychlosti jednotlivých vrstev kapaliny podél osy y je dána rychlostním gradientem $\frac{dv}{dy}$. Rychlostní gradient lze vyjádřit jako časovou

změnu smykové deformace $\dot{\gamma}$, definovanou relativním posunutím vrstvy ve směru osy y , viz rovnice (2.2):

$$D = \frac{dv}{dy} = \frac{d\gamma}{dt} = \dot{\gamma} \quad (2.2)$$

Smyková rychlost vyjadřuje rychlost toku ve směru působení smykového napětí. Nejčastěji používanou jednotkou smykové rychlosti je tzv. reciproká sekunda $[s^{-1}]$ /5/.

Newtonův zákon platí pouze pro laminární tok nízkomolekulárních kapalin za izotermických podmínek, tedy pro newtonské kapaliny (ideálně plastické kapaliny), u nichž je viskozita na smykové rychlosti nezávislá (konstantní) a jejichž tokové (reologické) chování je vyjádřeno mechanickým analogem v podobě pístu. Dobře platí také pro zředěné roztoky polymerů nebo pro tok roztavených plastů, avšak při extrémně nízkých smykových rychlostech /1/.

2.2.2 Tokové chování tavenin plastů

Tokové chování tavenin plastů, tedy tavenin makromolekulárních látek, jež se chovají viskoelasticky, tedy jak plasticky, tak také elasticky je charakterizováno mocninovým zákonem.

Mocninový zákon je nejjednodušší aproximací pseudoplastického (i dilatantního) chování kapalin. Podle svých autorů, je také znám jako Ostwald-de Waele-ův zákon, vyjádřený rovnicí (2.3) /5/.

$$D = \phi \cdot \tau^m \quad (2.3)$$

kde je:

D - smyková rychlost [s^{-1}], ϕ - koeficient tekutosti [s^{-1}], τ - smykové napětí [Pa]
 m – konstanta mocninového zákona (index tokového chování) [-]

Koeficient tekutosti „ ϕ “ je pro newtonskou kapalinu roven reciproké hodnotě viskozity a má tedy význam fluidity. Konstanta „ m “ vyjadřuje míru odchylky od newtonského chování ($m > 1$) /2/.

Proti mocninovému zákonu byla vznesena řada námitek, jednou z nich je skutečnost, že odvození zákona není provedeno na fyzikálním základě, což vede k nesrovnalostem při odvození rozměru viskozity, resp. koeficientu tekutosti. Proto byl zákon upraven na tvar, odpovídající rovnici (2.4) /1/.

$$D = \phi \cdot \left(\frac{\tau}{\tau_0} \right)^m \quad (2.4)$$

kde τ_0 je jednotkové smykové napětí [Pa].

Je třeba rovněž podotknout, že mocninový zákon nepopisuje chování tavenin polymerů v celém rozsahu smykových rychlostí zcela exaktně, ale týká se pouze oblasti zdánlivé viskozity, což je v obr. 2.6 zachyceno jako oblast strukturní viskozity. K přesnějšímu vyjádření byla odvozena řada rovnic (např. Eyring- Powellova), které jsou z teoretického hlediska dokonalejší, avšak pro praxi vzhledem k složitostem matematických postupů mají význam omezený /1/.

Grafickým znázorněním (vyjádřením) mocninového zákona jsou tokové křivky (viz kap. 2.3.3).

2.3 HODNOCENÍ TOKOVÝCH VLASTNOSTÍ TERMOPLASTŮ

K hodnocení tokových vlastností tavenin plastů lze použít rotačního, nebo kapilárního viskozimetru (plastometru). Stanovená viskozita je však pouze viskozitou zdánlivou, jejíž hodnota je kromě teploty taveniny závislá rovněž na velikosti smykového napětí, jemuž přísluší konkrétní smyková rychlost. Změnou hodnoty smykového napětí tak dojde u tavenin plastů v reálných podmínkách jejich zpracování ke změně viskozity. Ve vztahu k zpracovatelskému procesu tavenin plastů je vhodnější jejich tokové vlastnosti hodnotit tokovými křivkami.

Pro stanovení průběhu tokových křivek nebo hodnot zdánlivých viskozit je třeba zjistit hodnoty veličin smykových napětí τ a smykové rychlosti D . Tyto základní reologické veličiny nejsou přímo měřitelné. K jejich nepřímému měření je třeba zajistit přesnou geometrii měřicího systému, která umožní stanovit potřebné veličiny τ a D výpočtem z měřitelných veličin (např. síly, krouticího momentu, objemové průtokové rychlosti, úhlové rychlosti) apod. Pro stanovení tokových vlastností jsou vhodné pouze systémy, které zaručují laminární tok kapaliny /5/.

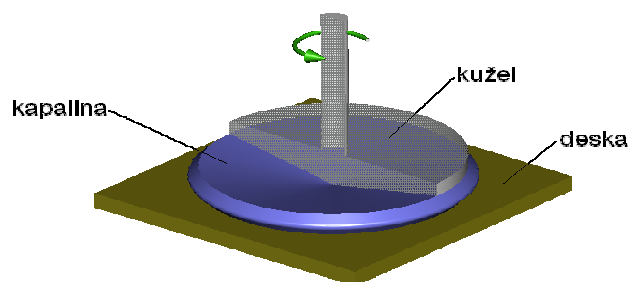
2.3.1 Základní principy měření tokových vlastností

Nejčastěji používané přístroje pro stanovení tokových vlastností plastů, viskozity, nebo tokových křivek jsou založeny na těchto principech:

- a) tok kapaliny ve štěrbině mezi rotujícími souosými válci
- b) tok kapaliny ve štěrbině mezi rotujícím kuželem a deskou
- c) tok kapaliny kapilárou.

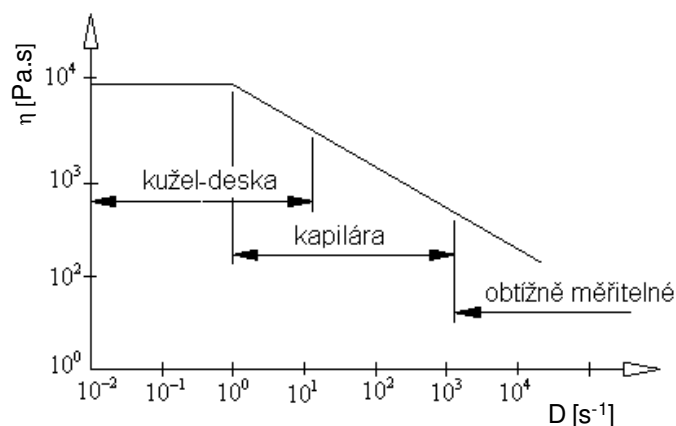
Měřicí přístroje založené na jmenovaných principech umožňují stanovit smykové napětí i smykovou rychlost. Mimo tyto přístroje se v průmyslu zpracování a výroby polymerů používají různá měřicí zařízení pro stanovení konzistence i tokového chování (např. konzistometry, penetrometry, výtokové poháry, plastograf Brabender apod), které sice nezaručují přesnou geometrii toku a laminární proudění, ale slouží jako zdroj informací o tokovém chování polymerních materiálů. Většinou se jedná o přístroje vhodné pro rychlé kontrolní zkoušky prováděné za smluvních konstantních podmínek, jejichž výsledky neposkytují absolutní hodnoty napětí nebo smykové rychlosti, ale pouze kvalitativní, navzájem srovnatelné hodnoty viskozity nebo konzistence [5]. Tokové vlastnosti tavenin termoplastů jsou pro různé oblasti smykových rychlostí (viz obr. 2.11) měřeny:

- **Rotačními plastometry (viskozometry)** - Vztah mezi „ τ “ a „ D “ je odvozován ze stanovení závislosti mezi úhlovou rychlostí „ ω “ a kroutícím momentem „ M_k “. Princip rotačního viskozimetru je znázorněn na obr. 2.10.



Obr. 2.10 Popis rotačního plastometru [1/

- **Vytlačovacími (kapilárními) plastometry** - Vztah mezi „ τ “ a „ D “ je odvozován z objemové rychlosti „ Q “ vytékající taveniny a tlakového spádu „ Δp “.

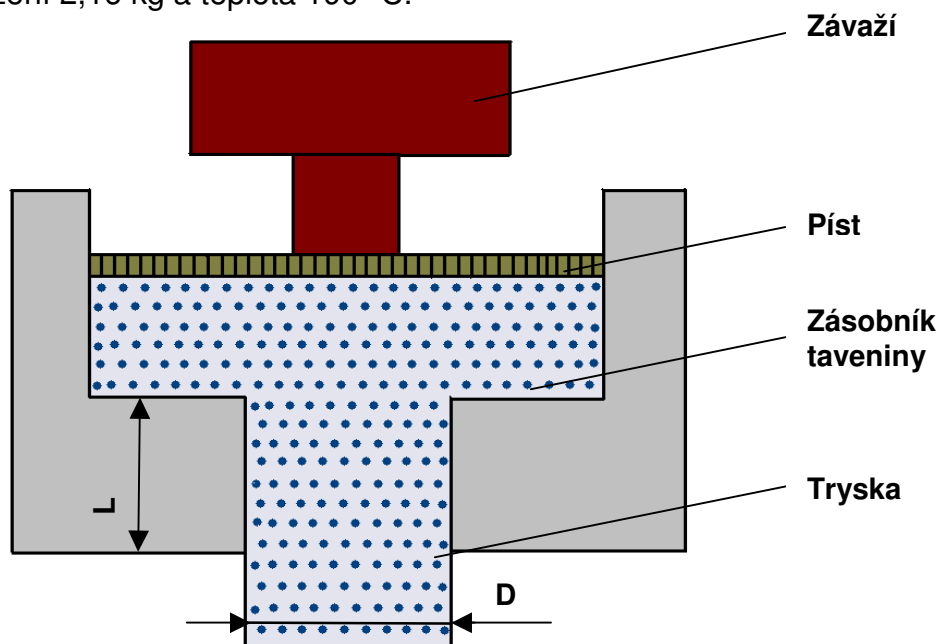


Obr. 2.11 Oblast použití jednotlivých viskozimetrů [1/

2.3.2 Index toku taveniny termoplastu

Metoda stanovení indexu toku taveniny termoplastu (předepsaná mezinárodním standardem ČSN EN ISO 1133) je v technické praxi velmi často používána pro hodnocení stejnoměrné kvality vstupního materiálu, k porovnávání tokového chování tavenin plněných a neplněných termoplastů, ale také pro hodnocení kvality výrobního procesu. Kvalita vstupního materiálu, tedy jeho reologické, fyzikální, tepelné a další užité vlastnosti, je především odrazem chemického složení plastu, jeho molekulární struktury, apod. Index toku taveniny poskytuje představu o molekulové hmotnosti a viskozitě polymeru. Neodpovídá-li index toku taveniny hodnotám deklarovaným výrobcem (např. v inspekčním certifikátu), nebudou odpovídat ani jiné užité vlastnosti z předpisu materiálové specifikace, neboť jsou tyto, obdobně jako tekutost, závislé na velikosti makromolekul.

Pro stanovení indexu toku taveniny (MFI) je používán kapilární viskozimetr, který má předepsanou zátěž, již je polymerní tavenina vytlačována tryskou o předepsaných rozměrech ($D=2.095\text{mm}$ a $L=8\text{mm}$ dle normy ČSN EN ISO 1133) viz obr. 2.12. a 2.14. Index toku taveniny představuje množství vytlačeného polymeru v gramech, nebo cm^3 za 10 minut. Např. pro PE je standardní zatížení 2,16 kg a teplota 190 °C.

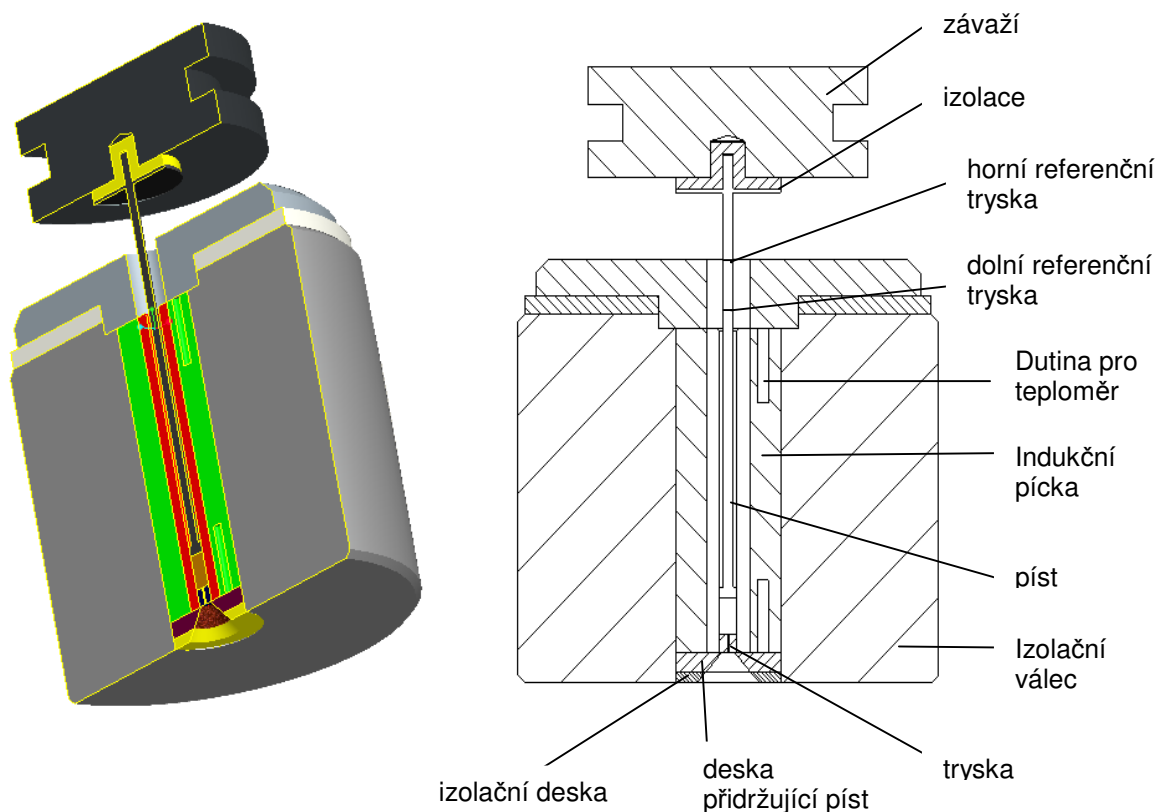


Obr. 2.12 Princip přístroje pro měření indexu toku (MFI) /7/

Nízká hodnota MFI znamená vysokou viskozitu a vysokou molekulovou hmotnost, zatímco vysoká hodnota MFI znamená nízkou viskozitu a nízkou

molekulovou hmotnost. Při poměrně nízkých smykových rychlostech ($\dot{\gamma} = \text{s}^{-1}$) odpovídá index toku taveniny „inverzní hodnotě“ viskozity.

Konstrukce zařízení používaného pro technologickou zkoušku k stanovení indexu toku taveniny je znázorněna na obr. 2.13. Základními konstrukčními částmi jsou:



Obr. 2.13 Popis kapilárního vytlačovacího plastometru

Válec – upevněný ve svisle poloze, který musí být zhotoven z materiálu odolného proti otěru a korozi až do maximální teploty topného systému. Materiál musí být interní vůči zkušebnímu vzorku. Pro některé materiály je požadováno měření při teplotách až 450 °C. Délka válce je 115 mm až 180 mm a jeho vnitřní průměr je $(9,550 \pm 0,025) \text{ mm}$. Základní válec musí být tepelně izolován. Otvor je vytvrzen na hodnotu tvrdosti dle Vickerse minimálně 500 HV /8/.



Obr. 2.14 Kapilární výtlačný plastometr fy. Ceast S.p. A. /2/

1 - ovládací panel, 2 - vyhřívaný pracovní válec, 3 - píst, 4 - závaží, 5 - řezný nástroj

Ocelový píst – o pracovní délce rovné alespoň délce válce. Nad hlavou je píst odlehčen na průměr cca 9 mm. Na horní část pístu je možno přidat tyč, která podrží snímatelné závaží, ale píst je od závaží tepelně izolován. V délce pístu jsou vyznačeny dvě tenké kruhové referenční značky ve vzdálenosti 30 mm od sebe umístěné tak, že horní značka se kryje s vrcholem válce, je-li vzdálenost mezi spodním okrajem hlavy pístu a vrcholem trysky 20 mm. Tyto značky na pístu se používají jako referenční body při měření. Aby byla zajištěna správná funkce zkušebního zařízení, jsou válce a píst vyrobeny z materiálu o různé tvrdosti /8/.

Tryska – vyrobená z karbidu wolframu, nebo tvrzené oceli, o délce $(8,000 \pm 0,025)$ mm. Vnitřní část trysky musí být kruhová, rovná a stejnosměrného průměru, přičemž povolená odchylka po celé délce smí být max. 0,005 mm skutečného válce o nominálním průměru 2,095 mm. Tryska nesmí vyčnívat nad základnu válce a její ústí musí být koaxiální s ústím válce /8/.

Snímatelné závaží - na horní části pístu, které se skládá ze sady závaží které lze seřadit tak, aby součet hmotností závaží a pístu dal zvolené nominální zatížení s přesností na 0,5%. Pro vyšší hodnoty zatížení je možno použít alternativní mechanické zatěžovací zařízení /8/.

Norma pro stanovení hmotnostního (MFR) a objemového (MVR) indexu toku taveniny termoplastu specifikuje dvě metody za specifikovaných hodnot teploty a zatížení, označované jako *metoda A* a *metoda B* dle ISO 1133. Zkušební podmínky pro měření indexu toku taveniny jsou obvykle specifikovány v normě pro daný materiál spolu s uvedením odkazu na tuto normu /8/. Hmotností a objemový index toku taveniny termoplastů závisí na smykové rychlosti, resp. smykovém napětí.

Metoda A:

Principem této metody je měření doby protlačování taveniny tryskou o předepsaných rozměrech po stanovené vzdálenosti, kterou urazí píst. U této metody je nutné měřit pohyb pístu s přesností $\pm 0,1$ mm a čas s přesností na 0,1 s. Výsledkem měření je hmotnostní index toku taveniny vyjádřený rovnicí (2.5).

$$MFR_{(T, m_{nom})} = \frac{t_{ref} \cdot m}{t} \quad (2.5)$$

kde: T - je zkušební teplota taveniny [$^{\circ}\text{C}$], m_{nom} - nominální zatížení [kg], m - průměrná hmotnost odřezků [g], t_{ref} - referenční čas (10 min=600 s) [s] a t - interval odřezávání [s].

Metoda B:

Metoda B umožňuje na rozdíl od metody A stanovit nejen hmotnostní index toku taveniny MFR, ale také index objemový MVR a to:

- a) měřením času, po který se píst pohybuje na stanovenou vzdálenost
- b) měřením vzdálenosti, po které se píst pohybuje stanovený čas.

Vyjádření výsledků je podle rovnice (2.6), resp. (2.7).

$$MFR_{(T, m_{nom})} = \frac{S \cdot t_{ref} \cdot l \cdot \rho}{t} = \frac{427 \cdot l \cdot \rho}{t} \quad (2.6)$$

$$MVR_{(T, m_{nom})} = \frac{S \cdot t_{ref} \cdot l}{t} = \frac{427 \cdot l}{t} \quad (2.7)$$

Kde je: T - zkušební teplota taveniny [°C], m_{nom} – nominální zatížení [kg], t_{ref} - referenční čas (10 min = 600 s) [s], S - průměrný průřez pístu a válce [cm²], t - stanovený čas měření (dle bodu a.) nebo průměrná hodnota jednotlivých měření času (dle bodu b.) [s], l - stanovená vzdálenost, kterou urazí píst (dle bodu b.) nebo průměrná hodnota jednotlivých měření vzdáleností (dle bodu a.) [cm], ρ - hustota taveniny při zkušební teplotě [g/cm³], m - hmotnost stanovená zvážením struny vytlačené pohybem pístu po dráze l.

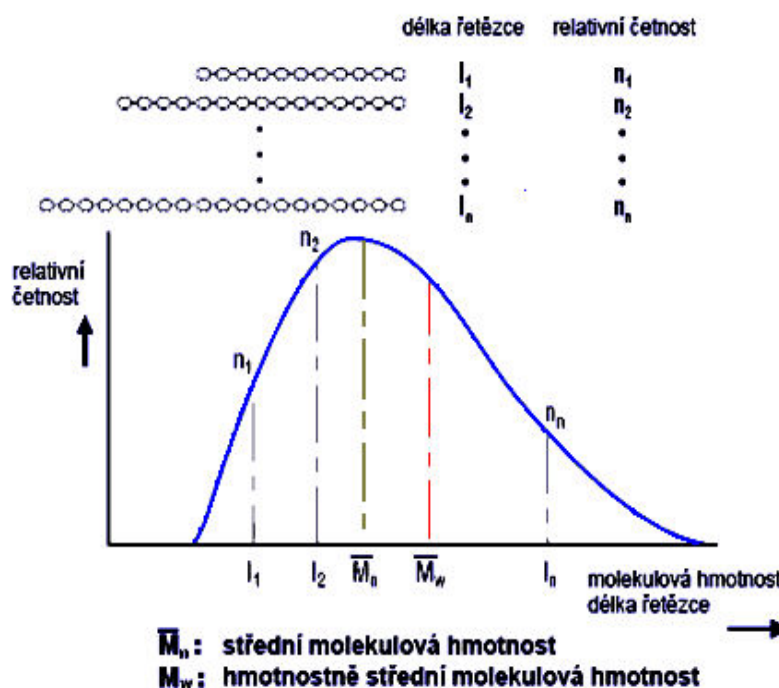
Při stanovení MFR podle této metody je však nutno znát hustotu taveniny termoplastu, kterou lze vyjádřit rovnicí (2.8):

$$\rho = \frac{m}{0,711 \cdot l} \quad (2.8)$$

Kde je m - hmotnost stanovená zvážením struny vytlačené pohybem pístu po dráze l [g].

Z výsledků měření indexu toku taveniny termoplastu lze stanovením jejich poměru (FRR) obecně zhodnotit také vliv distribuce molekulových hmotností plastu (viz obr. 2.15) a rovnice 2.9 na jeho reologické chování. Polymery s větší molekulovou hmotností dosahují vyšší pevnosti, tuhosti, nižší houževnatosti a také vyšší viskozity (tedy nižší tekutosti). Střední molekulová hmotnost „ \overline{M}_s „ však necharakterizuje celou distribuční křivku a nemůže být zárukou stejných vlastností dvou šarží materiálu /1/.

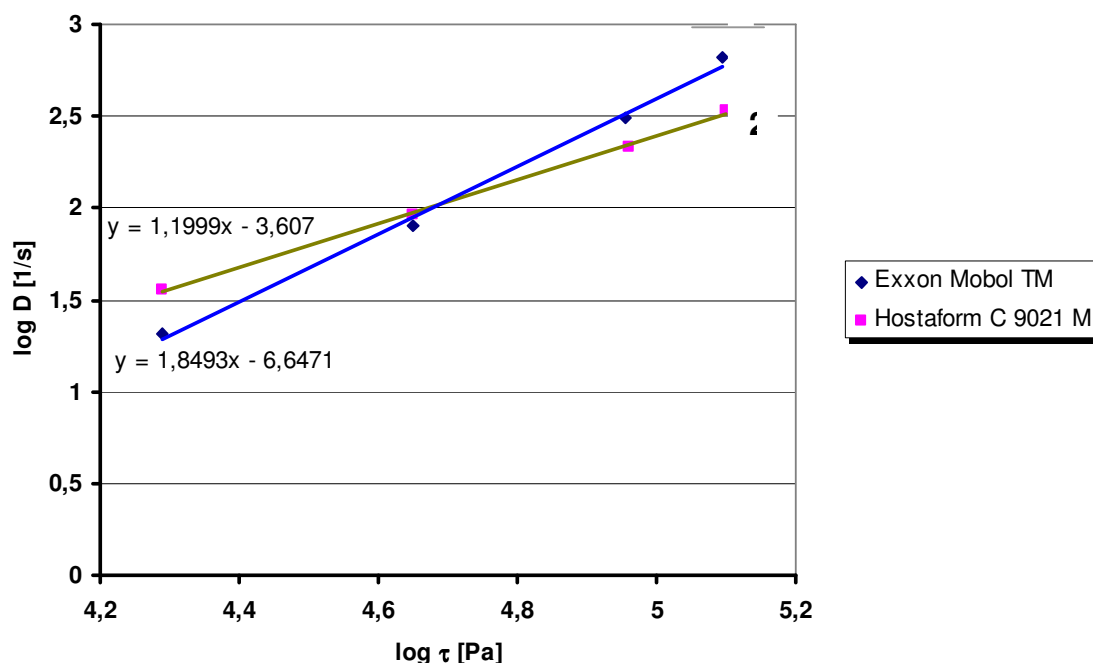
$$FRR = \frac{MFR_{1(T/m_{nom})}}{MFR_{2(T/m_{nom})}} < 1 \quad (2.9)$$



Obr. 2.15 Distribuční křivka polymeru /1/

Souhrnem lze říct, že způsob stanovení indexu toku taveniny je pouze technologickou zkouškou a nehodí se pro tokové porovnávání dvou polymerů. V reálných podmínkách vstřikování se často stává, že indexy toku jsou v jiné oblasti než zpracovatelské a srovnání může být bezcenné. Z tohoto hlediska je při srovnání různých polymerů nezbytné použít k hodnocení tokového chování tavenin plastů (zejména v oblasti zpracovatelské) tokové křivky (závislost smykového napětí na smykové rychlosti) viz obr. 2.16, které jsou závislé na teplotě taveniny (viz kap. 2.3.3). Na obr. 2.16 je znázorněno, jak snadné může být porovnání dvou různých druhů plastů, pomocí tokových křivek. Bude-li zatížení viskozimetru (resp. plastometru) takové, že se budeme nacházet napravo od průsečíku tokových křivek, zjistíme že mat 1 teče lépe než materiál 2.

Bude-li zatížení takové, že se nacházíme v oblasti průsečíku křivek, zjistíme, že taveniny tečou přibližně stejně. Pokud se ale budeme nacházet od průsečíku nalevo, poteče naopak materiál 2 lépe než materiál 1.



Obr. 2.16 Příklad tokových křivek

2.3.3 Tokové křivky

Tokové křivky se stanoví pomocí vysokotlakého výtlačného plastometru (viz obr. 2.17), přičemž vlastní měření spočívá v určení hodnot objemové průtokové rychlosti kapilárou za definovaných podmínek, tj. teploty a velikosti zatížení taveniny. Výsledkem jsou tokové křivky (viz obr. 2.18), tj. závislost $D=f(\tau)$, popř. $\tau = f(D)$, resp. $\Delta p = f(Q)$ /1/. Tyto křivky jsou grafickým vyjádřením mocninového zákona, potažmo vzato jeho redukováného tvaru.



Obr. 2.17 Vysokotlaký výtlačný kapilární plastometr /9/

Odvozený redukovaný tvaru mocninového zákona (viz rov. 2.10), vyjadřuje vztah mezi tlakem působícím na taveninu a objemovým množstvím vytlačené taveniny za jednotku času. Je třeba podotknout, že tento vztah je odvozen pro kapiláru kruhového průřezu. Při výpočtech se vychází z rovnováhy sil, které působí na elementární objem taveniny v trysce. Podrobné odvození je uvedeno v /1/.

$$\underbrace{\frac{4 \cdot Q}{\pi \cdot R^3}}_{\text{zdánlivá smyková rychlost na stěně trysky „D“}} = \underbrace{\frac{4 \cdot \phi}{m + 3} \cdot \left(\frac{\Delta p \cdot R}{2L} \right)^m}_{\text{smykové napětí „\tau“}} \quad (2.10)$$

zdánlivá smyková
rychlost na stěně trysky „D“

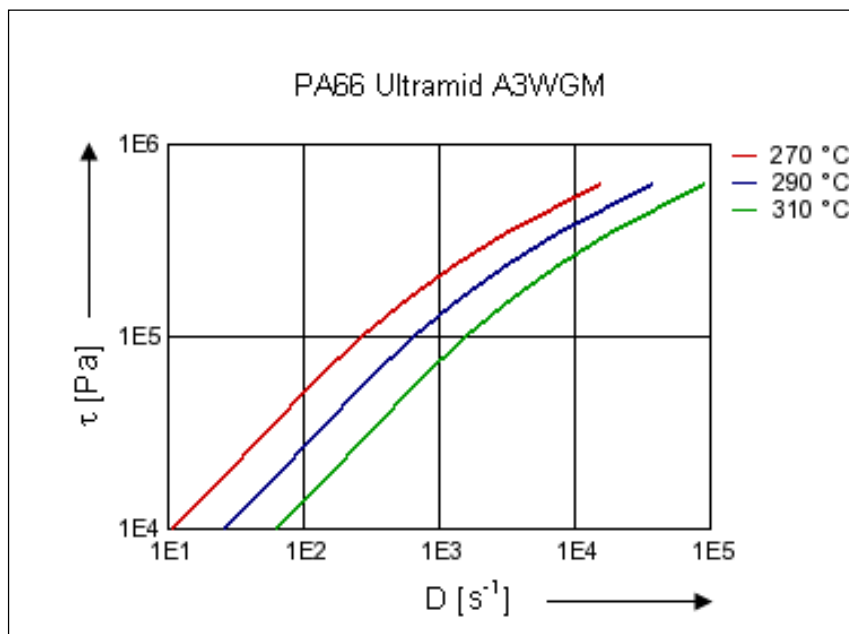
smykové napětí „ τ “

kde je Q - objemová průtoková rychlost [$\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$], R - vnitřní poloměr trysky [m], ϕ - koeficient tekutosti [s^{-1}], m – index tokového chování [-], Δp - tlakový spád po délce trysky [Pa], L - délka trysky [m]

Tokové křivky a reologické konstanty ϕ a m jsou pro danou taveninu stanovovány pro různé teploty z oblasti teplot zpracování (viz obr. 2.18).

Z tokových křivek je zřejmé, že při velkých smykových rychlostech je smykové napětí odečtené při konstantním gradientu méně závislé na teplotě

než při malých smykových rychlostech. Lze také říci, že teplotní závislost zdánlivé viskozity (při konstantním gradientu) se s rostoucím gradientem zmenšuje.



Obr. 2.18 Tokové křivky pro PA66 Ultramid pro různé teploty zpracovatelského pásma
/10/

Zlogaritmováním redukovaného mocninového zákona (viz. rovnice 2.11) získáváme rovnici přímky (viz obr. 2.19):

$$\log \frac{4 \cdot Q}{\pi \cdot R^3} = \log \frac{4 \cdot \phi}{m+3} + m \cdot \log \frac{\Delta p \cdot R}{2L} \quad (2.11)$$

Objemová průtoková rychlost je vyjádřena rovnicí 2.12 a tlakový spád rovnicí 2.13.

$$Q = \frac{V}{t} \quad (2.12)$$

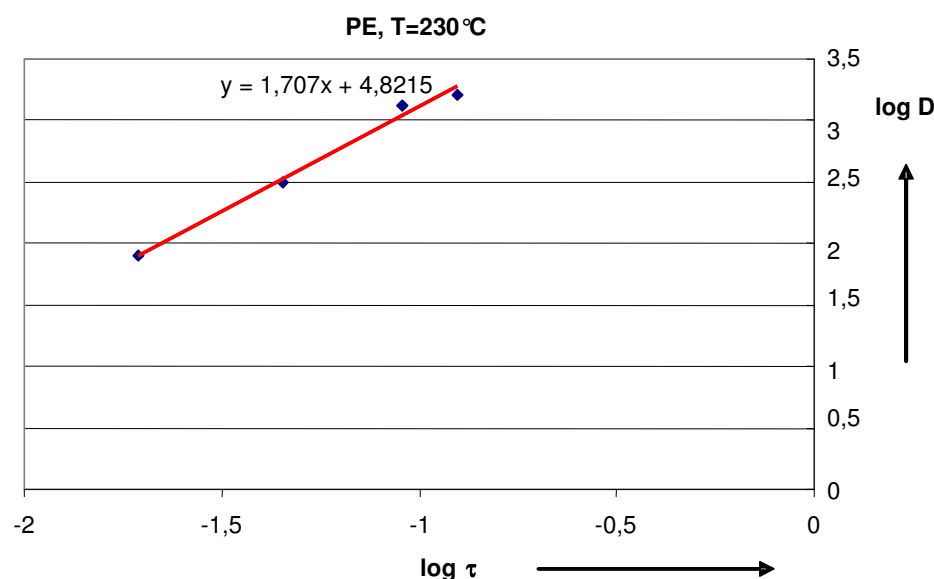
kde: V - objem vytlačované taveniny [m³], t - doba vytlačování [s]

$$\Delta p = \frac{F}{S} \quad (2.13)$$

kde: F - zatížení pístu [N], S - plocha pístu [m²]

Při experimentálních měřeních bylo zjištěno, že mocninový součinitel m pro daný druh polymeru je při měnící se teplotě konstantní jen přibližně. Závisí to na druhu polymeru. Pro technickou praxi je však možno předpokládat, že je na teplotě nezávislý /1/ a jeho hodnota je určena pouze použitým druhem materiálu.

Koeficient tekutosti ϕ souvisí s viskozitou a je ovlivněn teplotou taveniny. Mezi koeficientem tekutosti a teplotou platí obdobná závislost, jako mezi viskozitou a teplotou /1/.



Obr. 2.19 Příklad tokové křivky /1/

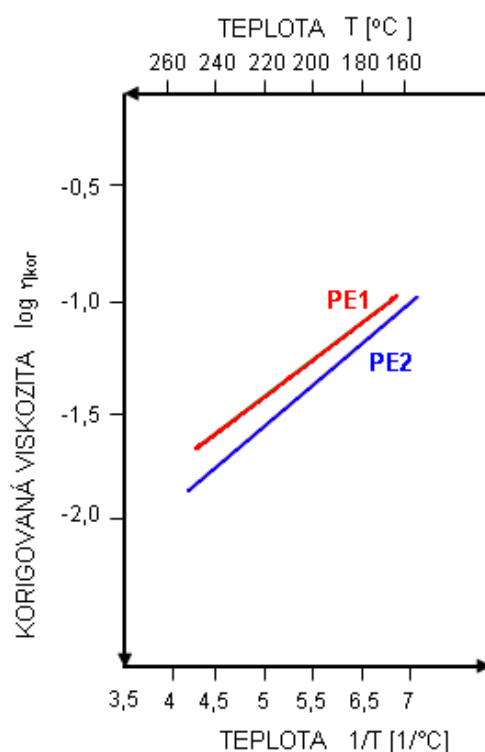
Na základě redukováného tvaru mocninového zákona pak lze vypočítat viskozitu taveniny pro podmínky zkoušky, kterou nazýváme *korigovanou viskozitou* (viz rov. 2.14).

$$\eta_{kor} = \frac{1}{\phi} = \frac{\pi \cdot R^{m+3}}{(m+3) \cdot 2^m \cdot L^m} \cdot \frac{\Delta p^m}{Q} \quad (2.14)$$

Korigovaná viskozita není funkcí smykového napětí a tedy ani smykové rychlosti, nýbrž závisí pouze na teplotě a ovšem i na mocninovém součiniteli m , kterým je zdánlivá viskozita korigována. Pro stanovení korigované viskozity tedy

stačí při určité teplotě provést měření pouze při dvou hodnotách smykových napětí. Tyto dvě hodnoty jsou dostačující jednak k výpočtu mocninového součinitele m , který je ve všech místech křivky konstantní, a jednak k výpočtu hodnot korigované viskozity.

Je známo, že mezi logaritmem viskozity a převrácenou hodnotou teploty platí lineární závislost. Tyto závislosti jsou znázorněny na obr. 2.20.



Obr. 2.20 Závislost logaritmu korigované viskozity η_{kor} na reciproké hodnotě teploty dvou druhů polyethylenu /1/

Z výše uvedeného je zřejmé, že tokové chování plastů v širokém rozmezí smykových rychlostí je možné posuzovat pouze v případě znalosti koeficientu tekutosti Φ a indexu tokového chování m , nebo v případě znalosti korigované viskozity a indexu m .

Polymerní kapaliny mají nelineární průběh závislosti mezi smykovou rychlostí (D) a smykovým napětím (τ). Tento poměr se mění v závislosti na smykové rychlosti a nazýváme jej *zdánlivou viskozitou* (η_{zd}). Při jejím výpočtu se předpokládá, že mocninový součinitel m má hodnotu rovnu jedné. Proto má zdánlivá viskozita význam jen teoretický nebo jen velmi omezený a při její

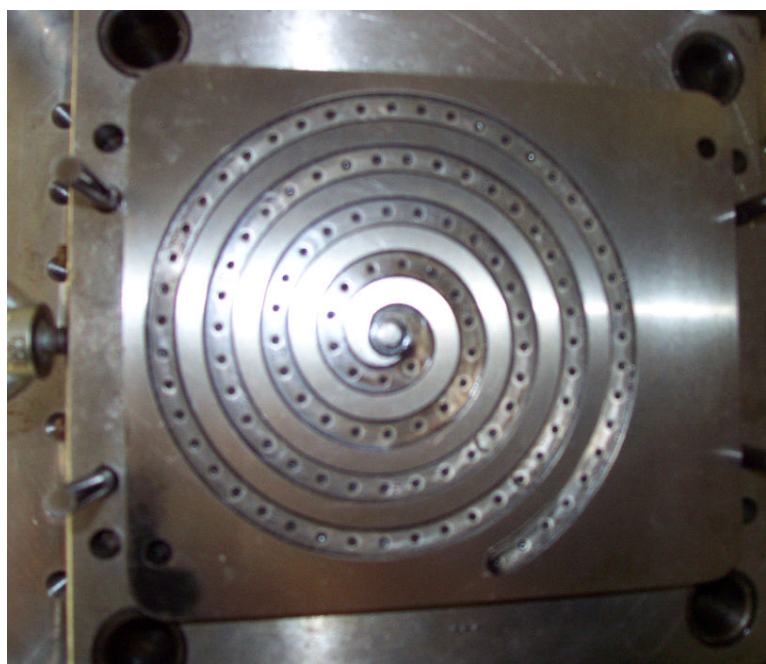
aplikaci je nutno pamatovat na zjednodušení, z něhož bylo vycházeno viz rov. 2.15 /1/.

$$\eta_{zd} = \frac{\tau}{D} = \frac{\Delta p \cdot \pi \cdot R^4}{8 \cdot L \cdot Q} \quad (2.15)$$

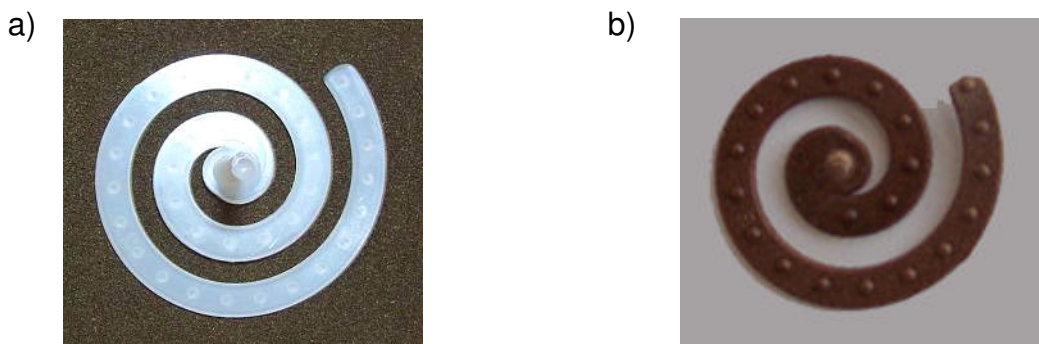
2.3.4 Spirálová zkouška zabíhavosti polymerů

Tato ryze technologická zkouška umožňuje hodnotit tokové chování tavenin polymeru za podmínek, které jsou prakticky shodné s podmínkami při vlastním zpracování. Dává také možnost prověřit vliv měnících se technologických parametrů, popř. aditivních prvků, na změnu zabíhavosti zkoumaného polymeru.

Roztavený polymer je na vstřikovacím stroji vstřikován do středu formy (spirály) při definovaných technologických podmínkách, jejíž dutina má tvar ploché Archimédovy spirály (viz.obr. 2.21), teoreticky nekonečné délky, šířky 10mm a výšky 2mm nebo 4mm. Při hodnocení zabíhavosti polymeru se zvolí takové podmínky, aby se dutina nezaplnila v celé délce. Měřítkem zabíhavosti je délka spirály (viz obr. 2.22).



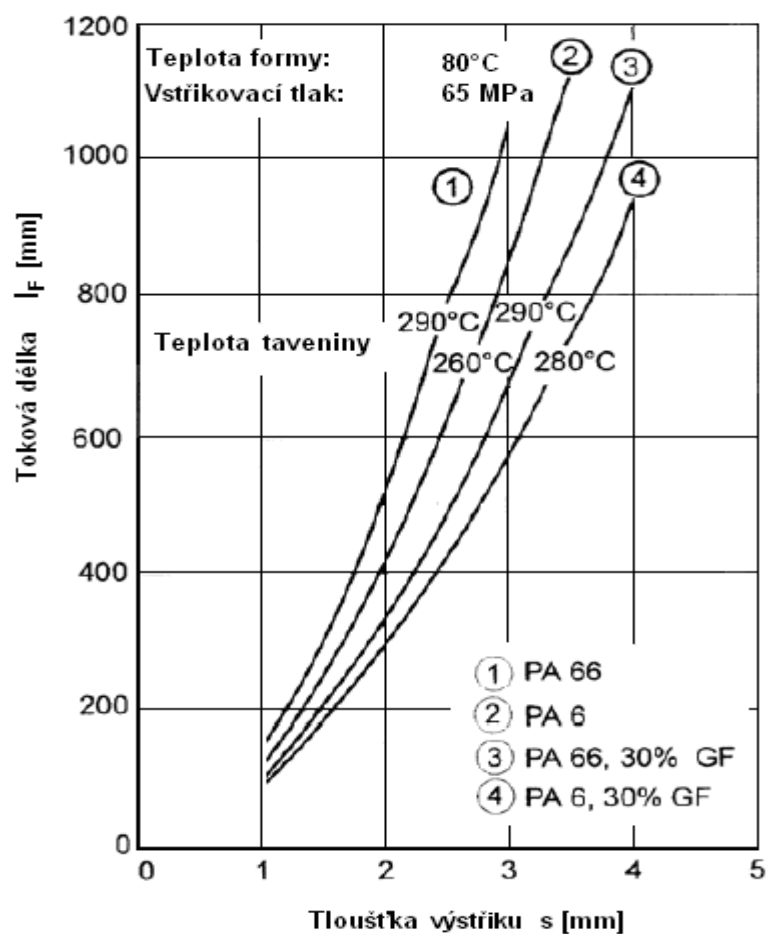
Obr. 2.21 Forma pro vstřikování Archimédovy spirály /11/



Obr. 2.22 Příklad zabíhavosti polymeru: a) homopolymer bez plniv b) homopolymer s
přídavkem pilin /11/

2.3.5 Tokové chování taveniny plastu v technologii vstřikování

Kromě strukturních předpokladů ovlivňují tokové chování plastů také technologické parametry procesu jejich zpracování. Jedná se především o velikost vstřikovacího tlaku, teplotu taveniny a teplotu formy /12/. Je potřeba podotknout, že uvedené technologické parametry se mezi sebou navzájem ovlivňují. Například pomocí změny hodnot vstřikovacího tlaku dosáhneme nejen vyšší zabíhavosti plastu, ale také změnu orientace makromolekul v tavenině. Zvýšením tlaku se nám budou makromolekuly narovnávat více do směru toku, v případě snížení tlaku, budou mít makromolekuly tendenci smotávat se zpět do klubíček, což má za následek změny v hodnotách smykových napětí (τ). Vliv teploty se u polymerních látek projevuje strukturními změnami, kdy dochází ke změnám základních mechanických a deformačních vlastností, jako je elasticita, tekutost a tažnost. Z toho vyplývá, že teplota taveniny ovlivňuje nejen zabíhavost (která se zvyšuje se zvyšující se teplotou), ale rovněž diferenciální tlakové ztráty, které vznikají v tavenině vlivem změny teploty, což má na výstupu vliv na celkový vstřikovací tlak. Teplota taveniny je závislá na druhu polymeru. Z výše uvedených technologických parametrů má na tokové chování tavenin plastů nejmenší vliv teplota formy. Z pohledu reologického, teplota formy ovlivňuje tekutost plastu a teplotu taveniny. V závislosti na definované teplotě formy a vstřikovacím tlaku existují diagramy, jako je např. na obr. 2.23, které určují nejužší tloušťku stěny výstřiku, pro to aby tavenina plastu zaplnila nejvzdálenější místo dutiny formy ve vzdálenosti od trysky. Tyto diagramy se též nazývají Fliesswegovy diagramy.



Obr. 2.23 Závislost tloušťky stěny na reologických vlastnostech /13/

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální část bakalářské práce doplňuje teoretickou část práce experimentálním měřením. Význam tokových křivek a indexu toku taveniny termoplastů, při hodnocení jejich tokových vlastností, je zde zobrazena na konkrétních příkladech.

3.1 Volba zkoušených materiálů

S ohledem na záměr experimentální části bakalářské práce byly pro experimentální měření vybrány materiály tak, aby byl znázorněn význam tokových křivek a indexu toku taveniny. Zvoleny byly tedy materiály odlišné chemické skupiny polymerů (PP, POM) a materiály stejné skupiny, lišící se přísadami (PP bez talku, PP s talkem). Základní údaje o vybraných materiálech jsou následující:

Mosten MT230 (PP) – patří do skupiny homopolymerů s úzkou distribucí molekulových hmotností, vysokou tekutostí taveniny a je plněn kombinovaným aktivačním systémem s antistatickými účinky, který zajišťuje u jeho výrobků vysokou transparentnost, tuhost a lesk. Je vhodný pro výrobu tenkostěnných obalů, odpovídá českým hygienickým předpisům pro styk s potravinami a proto je vhodný pro výrobu kuchyňských potřeb technologií vstřikování a to i na rychloběžných strojích /14/.

ExxonMobil™ 1044L1 (PP) – opět se jedná o homopolymer s dobrou tekutostí plněný antistatickými přísadami. Může se používat například na výrobu domácího náčiní, např. prkének, rukojeti nožů, atd. /15/.

Exxtral HMU234 (PP) – je polypropylen obdobného složení jako ExxonMobil 1044 L1, avšak jeho struktura je navíc tvořena z 20% minerální výplně (talkem). Má vysokou tuhost a vysokou schopnost téci, slabě zapáchá. Je stabilní, co se týče tepelného stárnutí. Používá se například pro tepelné a klimatizační jednotky /15/.

Hostaform C 9021M (POM) – zpracovává se standardními technologiemi zpracování plastů, jako je vstřikování, vytlačování, vstřikování a vytlačování s vyfukováním. Strukturu tvoří acetalový kopolymer, tvořený trioxanem. Má lineární strukturu a je vysoce krystalický. Pro Hostaform je charakteristická vysoká houževnatost (až do -40°C), vysoká tvrdost a tuhost, velmi dobrá tepelná odolnost (provozní teplota až do 100°C), dobrá chemická odolnost,

např. vůči palivům, rozpouštědlům, silným zásadám, má dobré kluzné vlastnosti a jeho absorpce vody je velmi nízká, což je příznivé pro vysokou rozměrovou stabilitu výrobků. V automobilovém průmyslu se využívá jako hlavní materiál pro výrobu ovládacích tlačítek spouštěčů oken, posuvných střech, pro ručičky měřící stav paliva, uzávěry palivové nádrže, mřížky reproduktorů, atd. /16/.

3.2 Stanovení indexu toku taveniny termoplastu

Pro dosažení co možná nejpřesnějších výsledků je nutno před začátkem měření ověřit čistotu pracovních částí zkušebního zařízení – vytlačovacího plastometru. Válec lze čistit horkým kusem látky. Trysku lze čistit mosazným výstružníkem nebo vlněným kolíčkem (viz obr. 3.1). Rovněž je možno použít pyrolytické čištění v atmosféře dusíku při 550 °C. Nesmí být použity abrazivní materiály nebo materiály, které by mohly poškodit povrch pístu, válce nebo trysky. Je nutno dbát, aby čištění neovlivnilo rozměry trysky nebo kvalitu povrchu /8/.



Obr. 3.1 Pomůcky potřebné k obsluze kapilárního viskozimetru /9/

Před započítáním série byl válec ponechán 15 minut na zvolené teplotě /8/. Poté se válec naplnil 3 g až 8 g vzorku podle předpokládané hodnoty indexu toku taveniny (viz obr. 3.2). Během plnění válce se materiál stlačoval pěchovací

tyčkou (viz obr. 3.3). Plnění válce netrvalo déle než 1 min. tak, aby se pokud možno zabránilo přítomnosti vzduchu, neboť polymerní materiály mohou být náchylné k degradaci vlivem oxidace. Zatížený nebo nezatížený píst, podle indexu toku taveniny materiálu, se spustil do válce a pro odstranění případných vzduchových bublin v materiálu se nechal tento předehtřivat po dobu 240s /8/.



Obr. 3.2 Plnění válce



Obr. 3.3 Stlačování materiálu
přechovací tyčí

Pro materiál s vysokým indexem toku taveniny (vyšším jak 10g/10min.) je ztráta vzorku během předehtřívání znatelná. V takovém případě se během doby předehtřívání použil nezatížený píst (viz obr. 3.4) nebo píst s menším zatížením, které se po 240 sekundách předehtřívání změnilo na požadované zatížení.



Obr. 3.4 Píst kapilárního vytlačovacího viskozimetru (Ceast S.p.A)

Po předehtřevu, během něhož se teplota válce vrátí zpět na zvolenou hodnotu (po ochlazení vložením zkušebního materiálu), se na píst umístilo zvolené závaží (pokud byl píst nezatížen). Píst se ponechal volně klesat vlastní hmotností až do vytlačení struny bez bublin. To lze provést podle skutečné viskozity materiálu, před nebo po zatížení pístu. Při dosažení polohy pístu umožňující automatické měření, která je nastavována specifickým způsobem pro dané konstrukční řešení zařízení na počátku měření, nastavením nulové

polohy enkodéru (měřicí dráhu pohybu pístu), došlo k odříznutí a k odstranění vytlačované struny a k měření času, při němž se pohybuje píst (souměrně se vytlačuje tavenina plastu z kapiláry) po předem stanovenou vzdálenost 25 mm, resp. 2.5 mm při rozdělení měření na 10 kroků. Po ukončení měření byla řezným nástrojem odříznuta vytlačovaná struna a na základě určeného času měření a stanovené vzdálenosti, kterou urazí píst, vypočten index toku taveniny dle rovnice (2.9).

Výsledky měření indexu toku taveniny pro dané materiály, teplotu a velikost zatížení jsou uvedeny v tab. 3.1 až tab. 3.3.

Tab. 3.1 Naměřené hodnoty MVR pro Hostaform C 9021M a Mosten MT230 při
T=230 °C

Číslo měření	Hostaform C 9021M				Mosten MT230			
	Velikost zatížení [kg]				Velikost zatížení [kg]			
	2.16	5.00	10.00	13.80	2.16	5.00	10.00	13.80
1.	18.861	49.604	114.71	180.42	42.614	162.77	700.3	872.54
2.	18.494	49.112	114.70	179.58	43.152	165.12	683.79	903.99
3.	18.940	49.090	115.61	181.05	43.458	166.39	712.14	861.45
4.	19.253	48.855	116.19	180.57	43.172	168.07	685.22	905.89
5.	19.281	49.124	116.70	182.41	42.930	173.53	703.25	905.89
6.	19.048	49.045	116.36	181.67	42.626	175.12	702.77	875.58
7.	19.008	49.385	117.74	181.42	43.013	176.61	730.63	888.93
8.	19.166	48.965	117.24	182.28	42.889	174.51	771.37	902.11
9.	19.150	49.061	116.91	182.35	43.087	177.50	752.50	905.55
10.	19.137	49.433	117.01	181.71	43.390	178.66	771.59	858.70
MVR [cm ³ /10min]	19.03 ± 0.22	49.17 ± 0.22	116.32 ± 0.99	181.34 ± 0.89	43.03 ± 0.27	171.83 ± 5.42	721.36 ± 31.62	888.06 ± 18.33

Tab. 3.2 Naměřené hodnoty MVR pro Exxtral HMU234 a ExxonMobil 1044L1
při T=230°C

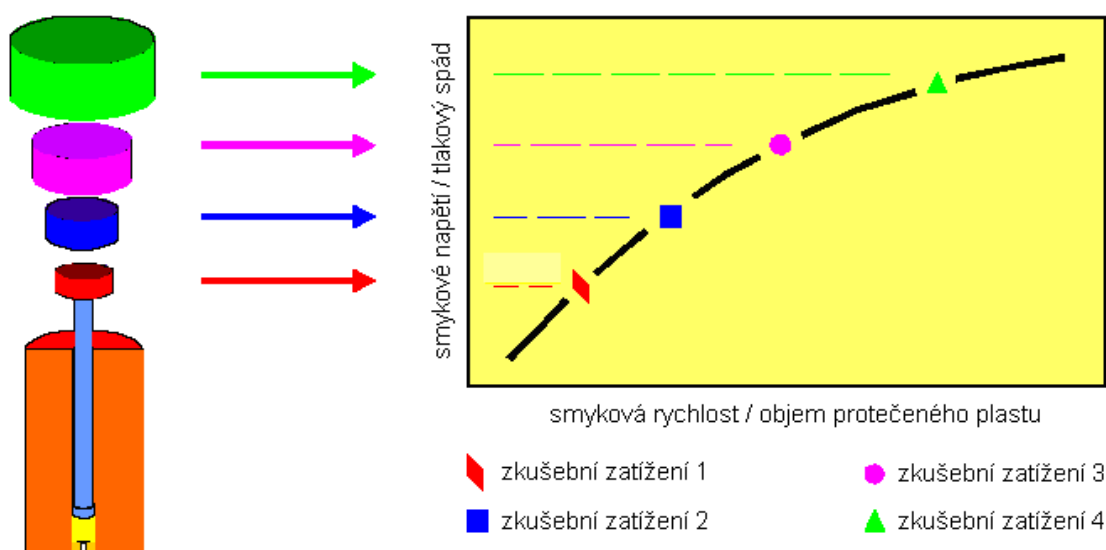
Číslo měření	Exxtral HMU234				ExxonMobil 1044L1			
	Velikost zatížení [kg]				Velikost zatížení [kg]			
	2.16	5.00	10.00	13.80	2.16	5.00	10.00	13.80
1.	12.471	51.674	214.62	422.42	22.736	87.685	397.20	682.37
2.	12.506	51.883	215.94	426.69	22.774	87.724	392.18	701.79
3.	12.462	51.955	217.12	427.28	22.689	88.427	363.34	693.64
4.	12.594	52.606	222.70	431.03	23.107	89.827	381.77	712.63
5.	12.683	53.181	223.63	441.71	23.319	91.676	384.51	722.26
6.	12.523	53.464	227.28	448.83	23.364	92.405	387.03	752.26
7.	12.561	53.875	226.00	448.20	23.424	92.597	392.18	751.21
8.	12.547	53.980	230.41	447.27	23.416	93.213	400.19	749.64
9.	12.594	54.351	231.29	460.58	23.402	93.242	401.71	774.31
10.	12.607	54.437	233.51	455.04	23.464	93.732	400.30	771.59
MVR [cm ³ /10min]	12.550 ± 0.07	53.141 ± 0.99	224.25 ± 6.33	440.90 ± 12.53	23.170 ± 0.30	91.053 ± 1.22	390.04 ± 11.07	731.17 ± 31.24

Tab. 3.3 Naměřené hodnoty MVR pro ExxonMobil 1044L1 při T=200°C

Číslo měření	ExxonMobil 1044L1			
	Velikost zatížení [kg]			
	2.16	5.00	10.00	13.80
1.	11.029	41.745	157.937	332.654
2.	11.018	41.539	160.168	335.446
3.	10.981	42.423	162.836	338.039
4.	11.233	43.172	164.961	347.060
5.	11.408	43.137	168.603	349.329
6.	11.425	42.865	171.186	358.458
7.	11.495	43.187	172.608	365.315
8.	11.530	43.555	173.937	367.067
9.	11.582	43.757	175.172	373.618
10.	11.541	44.256	177.465	380.283
MVR [cm ³ /10min]	11.324 ± 0.23	42.964 ± 0.81	168.487 ± 6.36	354.727 ± 15.86

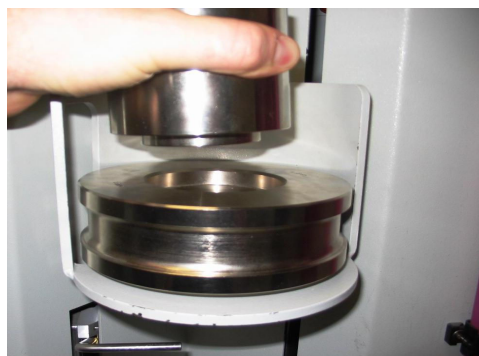
3.3 Stanovení tokových křivek

Pro stanovení tokových křivek v logaritmických souřadnicích pomocí výtlačného plastometru při dvou hodnotách zatížení pístu je dostačující naměřit pro každý materiál pouze dvě hodnoty smykové rychlosti a smykového napětí. Z důvodů přesnosti stanovení reologických konstant z tokových křivek se však pro každý materiál zvolily čtyři zatížení (závaží), jejichž velikost je dána možností výtlačného plastometru: 2.16 kg, 5.00 kg, 10.00 kg, a 13.80 kg (viz obr. 3.5).



Obr. 3.5 Schéma sestavení tokových křivek

Na základě měření objemové průtokové rychlosti (viz rovnice 2.14), při různém zatížení na píst (viz obr. 3.6), byly získány hodnoty smykových rychlosti D (viz rovnice 2.12) a smykového napětí τ (viz rovnice 2.12), které byly vyneseny pro dané materiály do logaritmických souřadnic tokových křivek (viz obr. 3.7 až 3.11). Při samotných měřeních bylo nutno zaznamenávat časy jednotlivých měření (vytlačování struny) a hmotnost závaží působících na píst.



Obr. 3.6 Zatížení na píst

Měřené a vypočtené hodnoty pro stanovení tokových křivek jsou uvedeny v tab. 3.4.

Tab. 3.4 Numerické stanovení tokových křivek

Naměřené hodnoty				Vypočtené hodnoty				
Materiál	T [°C]	t [s]	F [N]	$Q \cdot 10^{-9}$ [m ³ /s]	D [s ⁻¹]	Log D	$\tau \cdot 10^{-3}$ [MPa]	log τ
Hostaform C 9021M	230	56.4	21.182	31.73	35.150	1.55	19.481	-1.71
		21.9	49.05	81.95	90.790	1.96	45.096	-1.35
		9.2	98.1	193.90	214.790	2.33	90.201	-1.05
		5.9	135.37	302.28	334.860	2.53	124.472	-0.91
Mosten MT230	230	24.9	21.182	71.73	79.460	1.9	19.481	-1.71
		6.3	49.05	286.72	317.290	2.5	45.096	-1.35
		1.5	98.1	1202.45	1332.030	3.13	90.201	-1.05
		1.2	135.37	1480.32	1639.850	3.22	124.472	-0.91
Exxtral HMU234	230	85.6	21.182	20.93	23.180	1.37	19.481	-1.71
		20.2	49.05	88.58	98.120	1.99	45.096	-1.35
		4.8	98.1	373.80	414.080	2.62	90.201	-1.05
		2.4	135.37	737.65	817.140	2.91	124.472	-0.91
ExxonMobil 1044L1	230	46.4	21.182	38.63	42.790	1.63	19.481	-1.71
		11.8	49.05	151.78	168.140	2.23	45.096	-1.35
		2.8	98.1	650.16	390.230	2.86	90.201	-1.05
		1.5	135.37	1218.79	1350.130	3.13	124.472	-0.91
ExxonMobil 1044L1	200	94.9	21.182	18.88	20.910	1.32	19.481	-1.71
		25.0	49.05	71.62	79.330	1.89	45.096	-1.35
		6.4	98.1	280.85	311.120	2.49	90.201	-1.05
		3.0	135.37	591.30	655.020	2.82	124.472	-0.91

Ukázka výpočtu pro materiál Hostaform C 9021M, teplota válce 230 °C a zatížení pístu 21,18 N :

objemová průtoková rychlost:

$$Q = \frac{V}{t} = \frac{\pi \cdot D^2 \cdot h}{4 \cdot t} = \frac{\pi \cdot 0,00955^2 \cdot 0,025}{4 \cdot 56,4} = 31,7 \cdot 10^{-9} \text{ [m}^3/\text{s]}$$

kde: V ...objem vytlačované kapaliny [m³]

t ...doba vytlačování [s]

D ...smyková rychlost [s⁻¹]

H ...drah pohybu pístu [m]

smyková rychlost:

$$D = \frac{4 \cdot Q}{\pi \cdot R^3} = \frac{4 \cdot 31,73 \cdot 10^{-9}}{\pi \cdot R^3} = 35,150 \text{ [s}^{-1}\text{]}$$

kde: Q ...objemová průtoková rychlost [m³/s]

R ...vnitřní poloměr trysky [m]

smykové napětí:

$$\tau = \frac{\Delta p \cdot R}{2 \cdot L} = \frac{295712 \cdot 0,0010475}{2 \cdot 0,008} = 19,4 \cdot 10^{-3} \text{ [MPa]}$$

$$\Delta p = \frac{F}{S} = \frac{21,182}{7,16303 \cdot 10^{-5}} = 295712,9 \text{ [Pa]}$$

$$S = \frac{\pi \cdot D^2}{4} = \frac{\pi \cdot 0,00955^2}{4} = 7,163 \cdot 10^{-5} \text{ [m}^2\text{]}$$

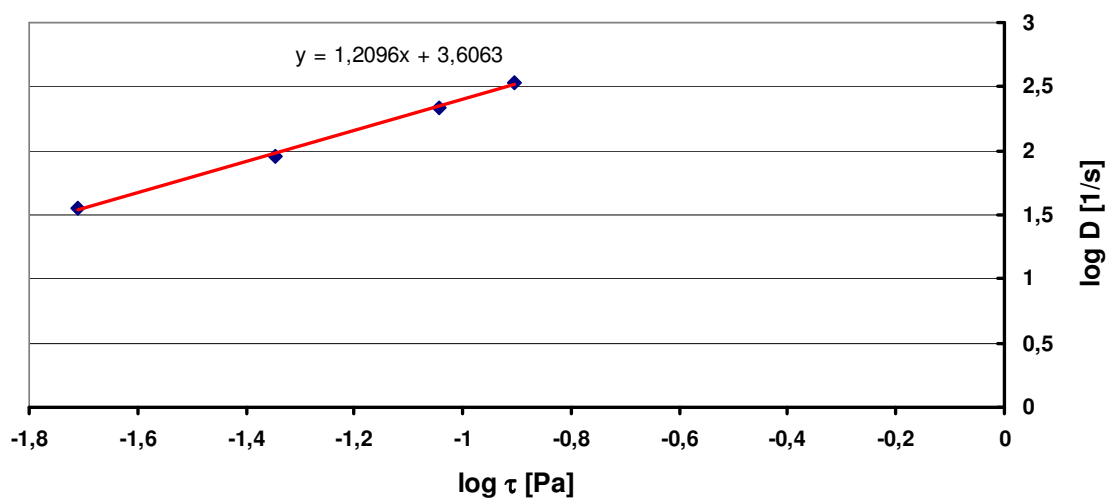
kde: Δp...tlakový spád po délce trysky [Pa]

L ...délka trysky [m]

F ...zatížení pístu [N]

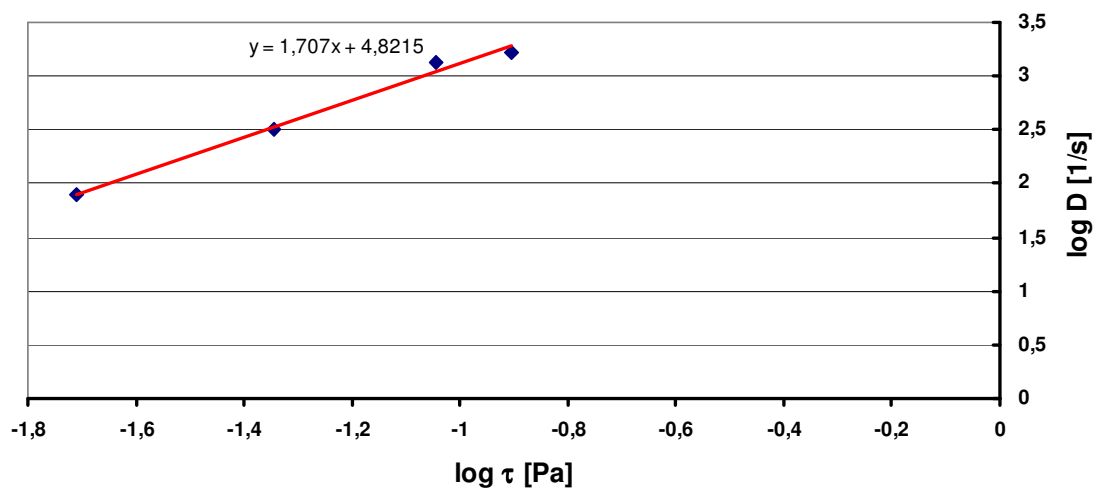
S ...plocha pístu [m²]

◆ **Hostaform C 9021M**



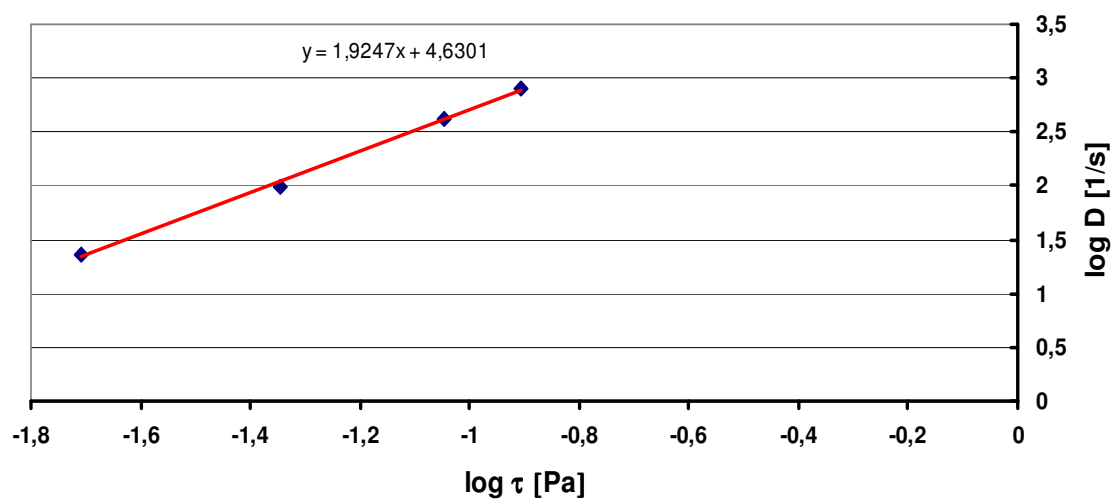
Obr. 3.7 Vyhodnocení výsledné hodnoty tokové křivky pro Hostaform C 9021M při $T=230^\circ\text{C}$

◆ **Mosten MT230**



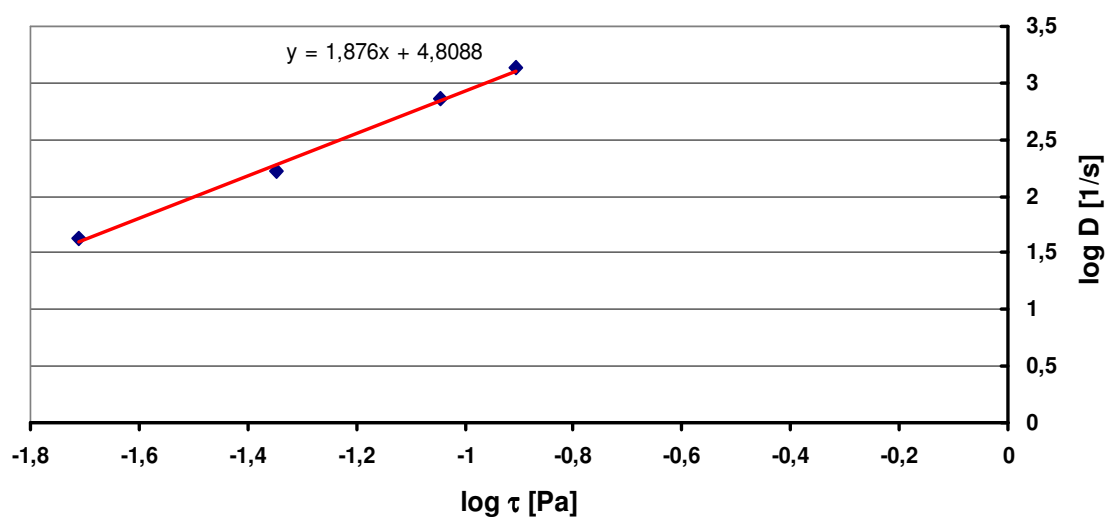
Obr. 3.8 Vyhodnocení výsledné hodnoty tokové křivky pro Mosten MT230 při $T=230^\circ\text{C}$

◆ **Exxtral HMU234**

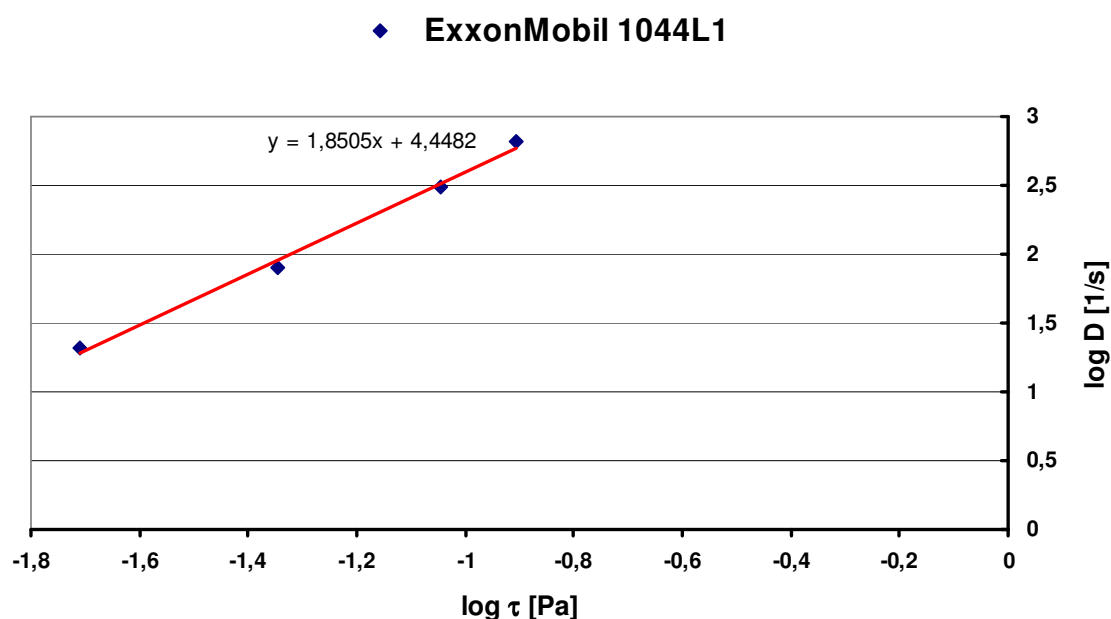


Obr. 3.9 Vyhodnocení výsledné hodnoty tokové křivky pro Exxtral HMU234 při $T=230^\circ\text{C}$

◆ **ExxonMobil 1044L1**



Obr. 3.10 Vyhodnocení výsledné hodnoty tokové křivky pro ExxonMobil 1044L1 při $T=230^\circ\text{C}$



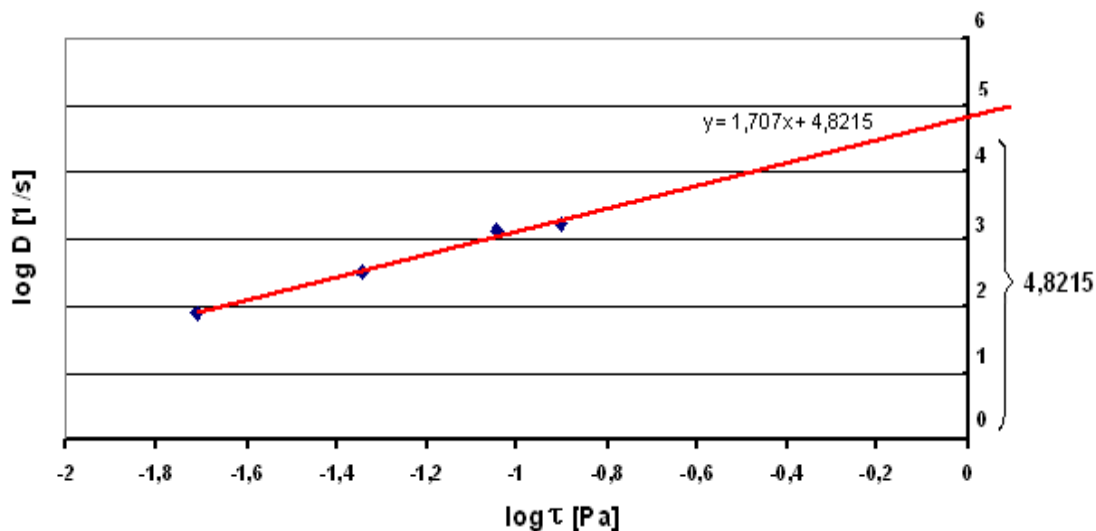
Obr. 3.11 Vyhodnocení výsledné hodnoty tokové křivky pro ExxonMobil 1044L1 při $T = 200^\circ\text{C}$

Reologické konstanty Φ a m (viz tab. 3.5) jsou určovány pro danou taveninu polymeru v závislosti na její teplotě způsobem zapsaným v kapitole 2.2.3. Je zřejmé, že koeficient tekutosti Φ souvisí s viskozitou a je ovlivňován teplotou taveniny. Hodnoty koeficientu tekutosti mohou sloužit k porovnávání tokových vlastností dvou a více hmot. Porovnávat materiály můžeme buď graficky nebo početně. Při početním řešení musíme znát víc jak jednu hodnotu koeficientu tekutosti, jinak není možné porovnávat tokové vlastnosti dvou hmot. To znamená proměřit každý materiál více jak jednou v různém rozmezí teplot.

Tab. 3.5 Hodnoty koeficientu tekutosti a indexu tokového chování pro jednotlivé materiály

Materiál	T [°C]	m [-]	Φ [s ⁻¹]
Hostaform C 9021M	230	1.20	4257.76
Mosten MT230	230	1.71	78016.09
Exxtral HMU234	230	1.92	52531.50
ExxonMobil 1044L1	230	1.88	78488.08
ExxonMobil 1044L1	200	1.85	34035.06

Způsob stanovení reologických konstant z tokových křivek pomocí mocninového zákona, je zřejmý na následujícím příkladu při měření tokových vlastností materiálu Mosten MT230. Na obr. 3.12 je zjištěná toková křivka materiálu Mosten MT230 při teplotě 230 °C.



Obr. 3.12 Příklad tokové křivky s prodlouženou rovnicí regrese pro Mosten MT230

Stanovení exponentu mocninového zákona m (směrnice přímky) vyplývá z rovnice regrese, vypočtené z tokové křivky (pro Mosten MT230):

$$y = 1,707x + 4,8215 \Rightarrow m = 1,707$$

Koeficient tekutosti ϕ se vypočte z redukovaného mocninového zákona (viz kapitola 2.3.3, rov. 2.10) při $\tau = 1$ ($\log \tau = 0$), což znamená, že $m \cdot \log \frac{\Delta p \cdot R}{2L} = 0$ a

úsek na ose procházející tímto bodem je pak roven $\log \frac{4 \cdot \phi}{m+3}$, což znázorňuje následující úprava:

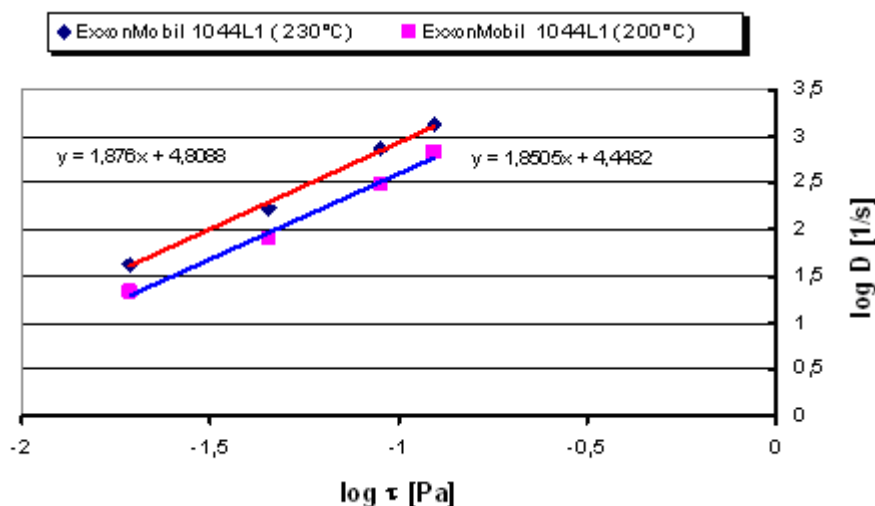
$$\log \left(\frac{4 \cdot Q}{\pi \cdot R^3} \right) = \log D = \log \left(\frac{4 \cdot \Phi}{m+3} \right) = 4,8215 \cdot 10^x$$

$$\frac{4 \cdot \Phi}{m+3} = 10^{4,8215} \Rightarrow \Phi = \frac{m+3}{4} \cdot 10^{4,8215} = \frac{1,707+3}{4} \cdot 10^{4,8215} = \mathbf{78016,1 \text{ s}^{-1}}$$

Tímto postupem se vypočtou jednotlivě všechny hodnoty koeficientu tekutosti pro dané materiály a teplotu (viz tab. 3.5).

4 VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ A JEJICH DISKUSE

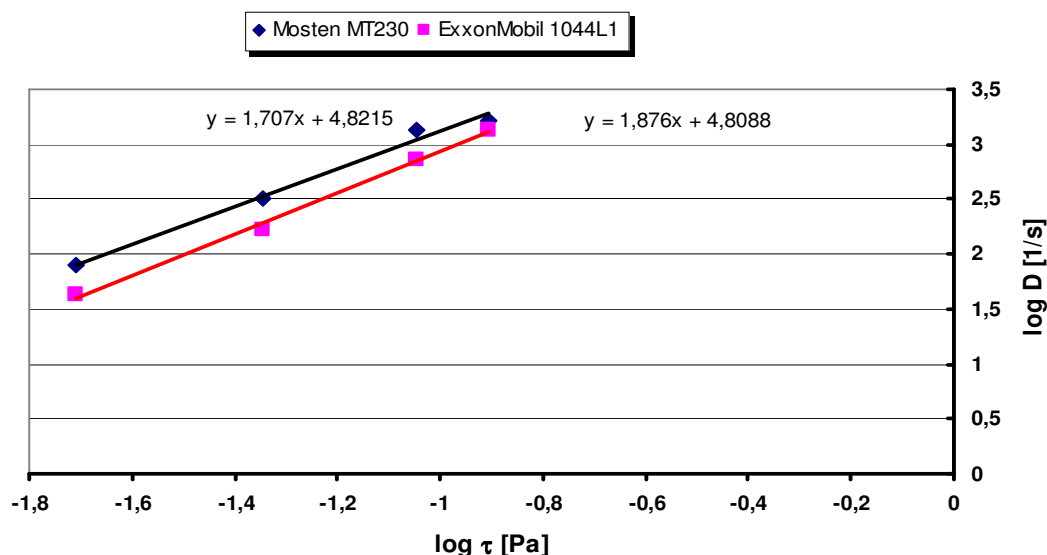
Zpracovatelské vlastnosti studovaných materiálů je nutno posuzovat jednak s ohledem na vliv teploty a jednak s ohledem na vliv smykového napětí, tj. tlaku při zpracování.



Obr. 4.1 Vliv teploty na reologické vlastnosti

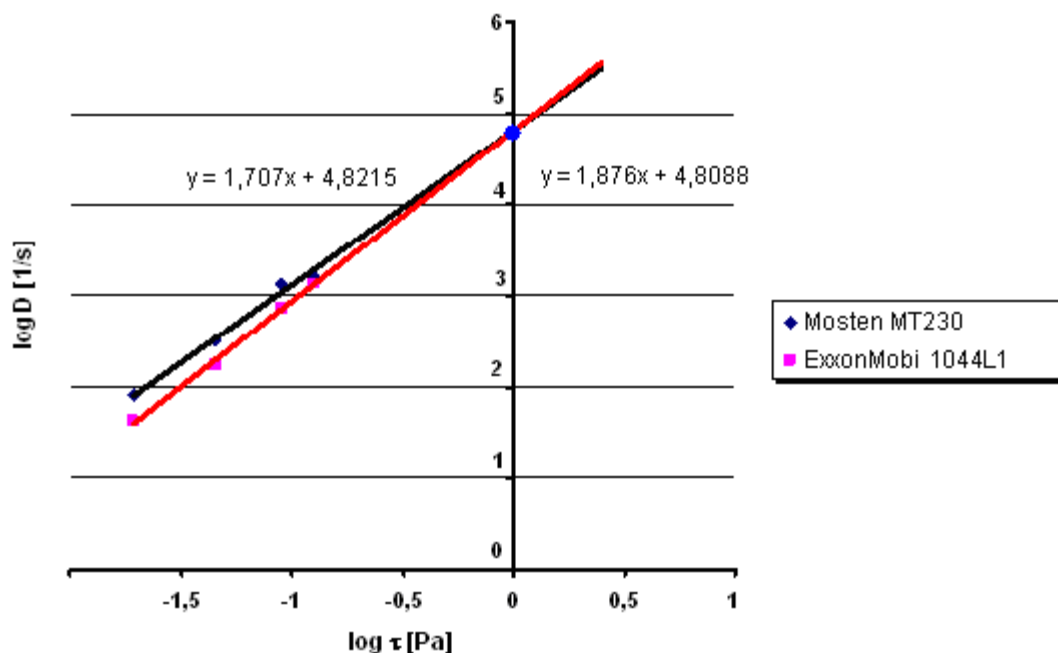
Vliv teploty je vyjádřen změnou koeficientu tekutosti, tzn. že $\Phi = f(T)$. Z obr. 4.1 je zřejmé, že snížení teploty taveniny, má za následek posun tokové křivky směrem dolů, naopak zvýšením teploty dojde k posunu křivek směrem nahoru. Je to způsobeno tím, že teplota vyvolává v materiálu změnu tekutosti (viskozity), nebo-li změnu smykové rychlosti a smykového napětí. Rovněž je zde vidět, že indexy tokového chování (m) jsou téměř shodné (minimálně v měřeném úzkém rozmezí teplot), což potvrzuje skutečnost, že jejich hodnota je závislá pouze na typu plastu.

Na obr. 4.2 jsou znázorněny tokové vlastnosti jednoho druhu materiálu (v tomto případě PP) určitých typů (Mosten MT230 a ExxonMobil 1044L1). Tyto dva materiály jsou si, co se týče reologických vlastností, velmi podobné. Avšak vzhledem k jejich struktuře, chemickému složení a vlivu různých technologických parametrů (viz kap. 2.3.5), které se při zpracování termoplastů uplatňují, je nutno počítat s možnou změnou v jejich reologických chováních při reálných podmínkách zpracování (viz obr. 4.2 a 4.3). Z obr. 4.2 se na první pohled v úzkém rozsahu smykových rychlostí zdá, že obě vynesené křivky jsou



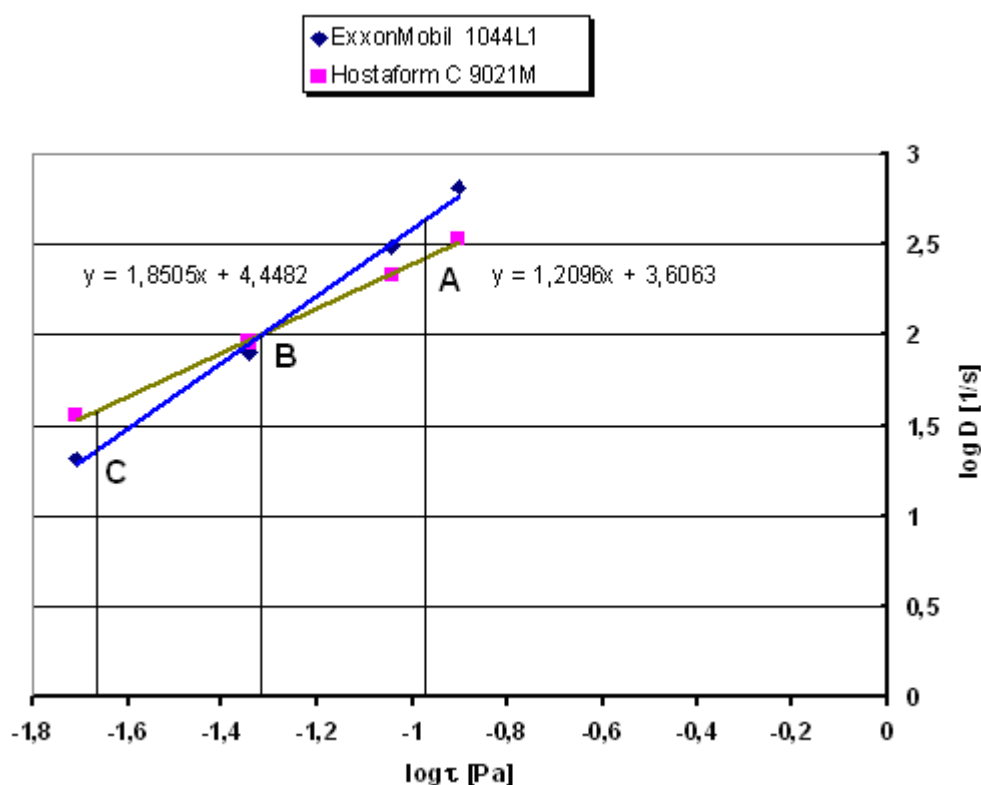
Obr. 4.2 Vliv chemického složení na reologické vlastnosti

rovnoběžné. Ovšem všimneme-li si hodnot indexu tokového chování, zjistíme, že obě tyto hodnoty se od sebe liší, což je také zřetelné při prodloužení regrese tokových křivek (přímek v logaritmických souřadnicích). V místě průsečíku tokových křivek se za těchto podmínek smykového napětí a smykové rychlosti chovají oba materiály z reologického hlediska shodně. Avšak v případě nižšího smykového napětí budou tokové vlastnosti polypropylenu Mosten MT230 vyšší, než polypropylenu ExxonMobil 1044L1, naopak při vyšších smykových napětích, než je hodnota průsečíku obou tokových křivek, to bude zcela naopak (viz obr. 4.3).



Obr. 4.3 Vliv chemického složení na reologické vlastnosti

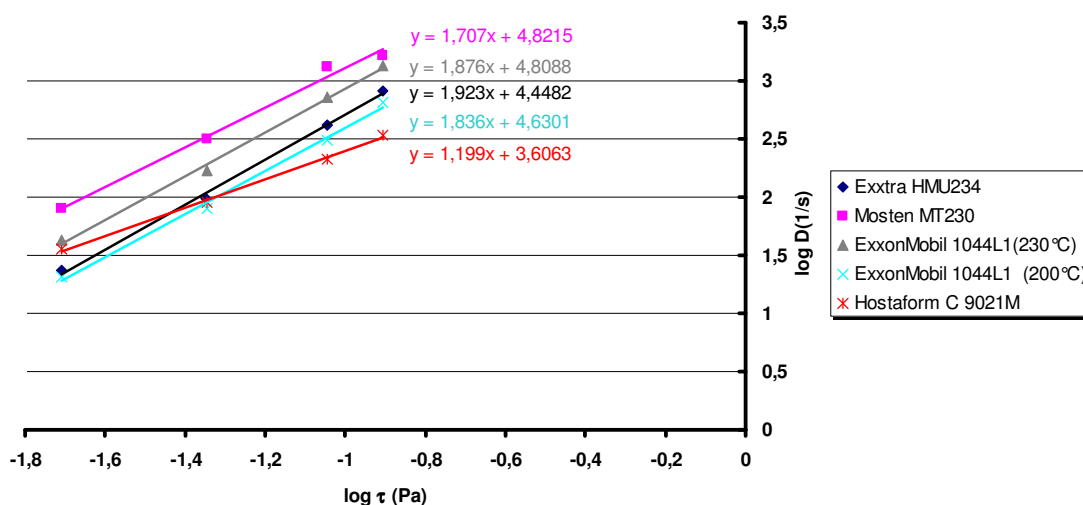
Výraznějších rozdílů tokového chování však bude zaznamenáno při porovnání tavenin plastů různého druhu, v tomto případě PP (ExxonMobil 1044L1) a POM (Hostaform C 9021M). Porovnání reologických vlastností obou těchto materiálů se provádí tak, že reologické vlastnosti jednoho materiálu jsou srovnány s reologickými vlastnostmi materiálu druhého, který je považován za standart sloužící pro srovnání a jsou o něm k dispozici všechna potřebná reologická data. Základní podmínkou srovnatelnosti, je že hodnoty reologických vlastností srovnávaných materiálů se v určité oblasti překrývají (viz obr. 4.4). Čím je oblast překrytí větší, tím lze srovnání provést spolehlivěji. Toto srovnání je pro technickou praxi důležité hlavně tehdy, dochází-li ve výrobě k aplikaci nového materiálu, tzn. kdy musíme zjistit za jakých technologických podmínek (teploty, tlaku) má shodné tokové vlastnosti, jako doposud používaný polymer. K tomuto účelu nám slouží tokové křivky, jako jsou například na obr. 4.4.



Obr. 4.4 Vliv odlišných druhů termoplastů na tokové křivky

V případě, že by bod **B** označoval podmínky stanovení tavného indexu (MFI), kdy podle předpokladu byla naměřena pro oba materiály shodná hodnota, je z grafické závislosti tokových křivek zřejmé, jak mylné hodnocení reologického

chování obou tavenin plastů pomocí MFI by bylo. Z grafu je patrné, že ExxonMobil 1044L1 má vyšší hodnotu mocninového součinitele (m), než Hostaform C 9021 M. Tento rozdíl způsobuje, že v bodě **A**, který odpovídá vyšší hodnotě smykového napětí, dosahuje tavenina materiálu ExxonMobil 1044L1 větší průtokové množství než Hostaform C 9021 M. Bod **C** naopak odpovídá nižší hodnotě smykového napětí a lepší tekutosti dosahuje Hostaform C 9021M. Čím je větší rozdíl v hodnotách mocninného součinitele m , tím výraznější rozdíly v chování obou materiálů lze očekávat.



Obr. 4.5 Tokové křivky v logaritmických souřadnicích

Na obr. 4.5 jsou v grafu vyneseny veškeré naměřené hodnoty tokových křivek jednotlivých termoplastů. Zde si lze souhrnně představit chování měřených plastů jednotlivě mezi sebou a porovnat jejich tokové vlastnosti v závislosti na jejich chemickém složení a teplotě zpracování.

5 ZÁVĚR

Znalost reologických vlastností plastů je nedílnou součástí výběru materiálů vhodného pro zpracování výrobku daného konstrukčního řešení technologiemi zpracování plastů, tedy i technologií vstřikování. V průmyslové praxi se reologie tavenin termoplastů zabývá problematikou tokových vlastností polymerních tavenin, které ovlivňují vlastní zpracovatelský proces (volbu technologických parametrů, konstrukci stroje a nástroje).

V průmyslové praxi se pro porovnávání tokových vlastností materiálů využívá hodnot indexu toku taveniny, nebo tokových křivek, popřípadě dalších technologických metod (např. spirálové zabíhavosti, apod). Při použití indexu toku taveniny je třeba podotknout, že srovnání touto metodou je ryze technologickou záležitostí a nedokáže taveninu polymeru popsat v celém spektru smykových rychlostí zkoušeného materiálu, ale charakterizuje ji pouze v jednom bodě příslušejícímu zcela určitému smykovému napětí a rychlosti, při konstantní teplotě a nedává žádné informace o indexu tokového chování na němž rovněž závisí tokové chování polymeru. Nespolehlivost indexu toku taveniny je zapříčiněna tím, že při porovnávání dvou materiálů je poměr smykových rychlostí při nízké hodnotě viskozity mnohem větší, než poměr smykových rychlostí při vysoké hodnotě viskozity. Z tohoto důvodu je nezbytné pro správné posouzení těchto vlastností využít tokových křivek, které popisují chování polymerní taveniny v celém zpracovatelském spektru. Tyto křivky nám říkají jaký vliv na reologii zkoušeného materiálu má teplota, struktura chemické složení materiálu apod., tudíž jak se nám budou měnit hodnoty smykových rychlostí a smykových napětí. V této práci se potvrdilo, že se změnou teploty dochází ke změně koeficientu tekutosti, což se na logaritmických tokových křivkách projevilo jejich rovnoběžným posunutím a že hodnota indexu tokového chování, jež udává směrnice těchto přímek je dána druhem materiálu. Je také zřejmé, že bude-li posuzována tekutost polymerů lišící se pouze aditivem, či jeho množstvím, postačí pro tokové srovnání pouze metoda stanovení indexu toku taveniny (která je časově nenáročná), neboť index tokového chování (směrnice tokových křivek, jejichž stanovení je časově náročnější) je stejný a rozdíl v tokovém chování tavenin je shodný při jakémkoliv smykovém napětí.

6 LITERATURA

- /1/ BĚHÁLEK, L.: *Reologie tavenin termoplastů v průmyslové praxi*, TU v Liberci, výukový materiál projektu In-TECH, 2006.
- /2/ <http://www.euroimpex.cz> (únor 2008)
- /3/ <http://www.orycone.cz> (únor 2008)
- /4/ <http://www.skd-bojkovice.cz> (únor 2008)
- /5/ Schätz, M.; Vondráček, P.: *Zkoušení polymerů*, VŠCHT v Praze, 1988.
- /6/ KREBS, J.: *Hodnocení reologických vlastností tavenin termoplastů*, VŠST v Liberci, Habilitační práce, TU v Liberci, 1970.
- /7/ MAŇAS, M.; VLČEK, J.: *Aplikovaná reologie*, UTB ve Zlíně, 2001, ISBN 80-7318-039-1.
- /8/ ČSN EN ISO 1133
- /9/ <http://www.thermoscientific.com> (únor 2008)
- /10/ Polymerní databanka CAMPUS.
- /11/ <http://www.fortel.cz> (únor 2008)
- /12/ Lenfeld, P.: *Technologie II. – 2.část (Zpracování plastů)*, TU v Liberci, 2005.
- /13/ REUL, CH.J.: *Eigenschaften der Kunststoffe*, Harburg : TU Hamburg-Hamburg, výukový text.
- /14/ <http://www.chemopetrol.cz> (březen 2008)
- /15/ <http://www.exxonmobilchemical.com> (březen 2008)
- /16/ <http://www.ticon.cz> (březen 2008)

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/200 Sb. o právu autorském, zejména § 60 - školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím bakalářské práce a konzultantem.

Datum: 23.5.2008

Podpis

Declaration

I have been notified of the fact that Copyright Act. No. 121/2000 Coll. applies to my thesis in full, in particular Section 60, School Work.

I am fully aware that the Technical University of Liberec (TUL) is not interfering in my copyright by using my thesis for the internal purposes of TUL.

If I use my thesis or grant a licence for its use, I am aware of the fact that I must inform TUL of this fact; in this case TUL has the right to seek that I pay the expenses invested in the creation of my thesis to the full amount.

I compiled the thesis on my own with the use of the acknowledged sources and on the basis of consultation with the head of the thesis and a consultant.

Date: 23. 5. 2008

Signature: